



CARATERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM ADESIVO ESTRUTURAL MODIFICADO COM PÓ DE CORTIÇA EXPANDIDA

PEDRO JORGE DE JESUS MONTEIRO

novembro de 2020

CARATERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM ADESIVO ESTRUTURAL MODIFICADO COM PÓ DE CORTIÇA EXPANDIDA

Pedro Jorge de Jesus Monteiro

1140179

2020

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Departamento de Engenharia Mecânica

CARATERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM ADESIVO ESTRUTURAL MODIFICADO COM PÓ DE CORTIÇA EXPANDIDA

Pedro Jorge de Jesus Monteiro

1140179

Dissertação apresentada ao Instituto Superior de Engenharia do Porto para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, realizada sob a orientação do Doutor Raul Duarte Salgueiral Gomes Campilho e coorientação do Mestre Paulo Jorge Roque de Oliveira Nóvoa.

2020

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Departamento de Engenharia Mecânica

JÚRI

Presidente

Doutor Rui Filipe Neves Araújo Rego

Professor Adjunto, ISEP

Orientador

Doutor Raul Duarte Salgueiral Gomes Campilho

Professor Adjunto, ISEP

Coorientador

Dr. Paulo Jorge Roque de Oliveira Nóvoa

Professor Assistente Convidado, ISEP

Arguente

Doutora Ana Sofia Oliveira Queirós Ferreira Barbosa

Investigadora, INEGI

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, quero agradecer ao Professor Doutor Raúl Duarte Salgueiral Campilho, Orientador Científico, por toda a ajuda prestada, dedicação, disponibilidade e conhecimento partilhado.

Seguidamente, quero também agradecer ao Professor Mestre Paulo Jorge Roque de Oliveira Nóvoa, Coorientador Científico, por todo auxílio na preparação e execução dos ensaios e ainda na disponibilidade e conhecimento partilhado.

Ao Eng.º José Andrade da empresa Amorim Isolamentos S.A., pela oferta do granulado fino e cortiça expandida.

Aos meus pais, irmãos e avós, pela presença incondicional e por todo o apoio prestados durante o meu percurso académico, tendo sido fundamentais para o meu sucesso.

À Inês Moreira, por todo o carinho, amor, paciência e, sobretudo, motivação para a realização deste trabalho e por estar sempre ao meu lado nas dificuldades encontradas neste trajeto.

A todos, o meu mais sincero obrigado!

PALAVRAS CHAVE

Adesivo estrutural; Junta adesiva; Tenacidade à fratura; Ductilidade; *Bulk*; *Thick Adherend Shear Test*; *Double-Cantilever Beam*; *End-Notched Flexure*; Cortiça.

RESUMO

As juntas adesivas são uma tecnologia que tem vindo a ganhar o seu espaço na área das ligações de materiais, oferecendo múltiplas vantagens em relação às técnicas mais tradicionais. As indústrias de topo, como a automóvel e a aeronáutica, utilizam as ligações adesivas para reduzir tensões localizadas, reduzir o peso estrutural dos equipamentos, conseguir unir diferentes tipos de materiais e, não menos importante, pela questão estética. No entanto, a utilização de um adesivo como solução industrial requer um suporte técnico capaz de sustentar a escolha do mesmo. Para o efeito, é necessário uma caracterização total das características mecânicas do adesivo, para saber a que esforço pode ser submetido sem que comprometa a integridade da ligação.

Este trabalho visa estudar um adesivo estrutural modificado com pó de cortiça expandida com diferentes concentrações, fazendo a sua caracterização completa. São 4 os ensaios a realizar: ensaios à tração de provetes em bruto, ensaios ao corte com a geometria *Thick Adherend Shear Test* (TAST), ensaios *Double-Cantilever Beam* (DCB) e ensaios *End-Notched Flexure* (ENF). Com a realização dos ensaios referidos, serão determinadas as propriedades mecânicas e de fratura à tração e ao corte, e serão fornecidos os parâmetros para a previsão da resistência de juntas adesivas com esta mistura por uma variedade de métodos, desde métodos analíticos mais expeditos até aos métodos numéricos mais avançados existentes atualmente.

Os resultados obtidos para cada ensaio resultaram em propriedades medidas com elevada repetibilidade, da mesma maneira que se revelaram de acordo com os dados disponibilizados pelo fabricante, sempre que estes estavam disponíveis. O estudo revelou ainda que a razão mássica de mistura ideal é próxima dos 0,25% de modo a incrementar resistência à propagação da fratura ao corte.

KEYWORDS

Structural adhesive; Adhesive joint; Fracture toughness; Ductility; Bulk; Thick Adherend Shear Test; Double-Cantilever Beam; End-Notched Flexure; Cork.

ABSTRACT

Adhesive bonding is a technology that has been gaining space in the material connections area, offering multiple advantages over more traditional techniques. Top industries, such as automotive and aeronautics, use adhesive bonding to reduce stresses concentrations, reduce the structural weight of the equipment, manage to connect different types of materials and, not least, for aesthetic reasons. However, the use of an adhesive as an industrial solution requires technical support capable of sustaining its choice. For this purpose, it's necessary to have a complete characterization of the mechanical characteristics of the adhesive, in order to know what stresses can be sustained without compromising the integrity of the bond.

This work aims to study a structural adhesive modified with expanded cork powder, with different concentrations, enabling its complete characterization. With this purpose, 4 tests should be performed: tensile testing to bulk specimens, shear testing with Thick Adherend Shear Test (TAST), and Double-Cantilever Beam (DCB) and End-Notched Flexure (ENF) tests. These tests will enable the estimation of the mechanical and fracture properties of the adhesive in tension and shear. The parameters to predict the strength of adhesive joints with this mix by various methods will be provided, ranging from the easy to apply analytical methods to the most advanced numerical methods available nowadays.

The results obtained for each test resulted in measured properties with high repeatability, in the same way as described with the available information given by the manufacturer, when it was made available. The study revealed that ideal mixing mass ratio is close to 0,25% in order to increase resistance to the fracture propagation.

NOMENCLATURA

Carateres Romanos

a	Distância entre eixo dos pinos que efetuam a aplicação da carga e a posição estacionária da fenda; Comprimento da fenda
a_0	Comprimento de fenda inicial
a_{eq}	Comprimento de fenda equivalente
b	Largura da junta adesiva ou do provete
C	Flexibilidade
c	Parâmetro de espessura do substrato
C_0	Flexibilidade inicial
C_{0Corr}	Flexibilidade inicial corrigida
$d_{adesivo}$	Deslocamento do adesivo
$d_{substrato}$	Deslocamento do substrato
$d_{transdutor}$	Deslocamento do transdutor
E	Módulo de elasticidade ou de Young
E_f	Módulo de flexão equivalente
E_x	Módulo de elasticidade na direção longitudinal
G	Módulo de elasticidade transversal ou módulo de corte, quando se refere a ensaios ao corte, e taxa de libertação da energia, quando se refere a ensaios de fratura
G_c	Taxa crítica de libertação de energia
G_{IC}	Taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo I
G_{IIC}	Taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo II
$G_{substrato}$	Módulo de corte do substrato

h	Distância entre extremidades dos dois entalhes
I	Momento estático
l	Comprimento de sobreposição
L	Comprimento do substrato ou distância do apoio ao ponto de carga
l_e	Comprimento-base do extensômetro
m	Constante que define a relação entre a espessura do adesivo e a largura dos aderentes
M_f	Momento fletor
M_t	Momento torsor
P	Carga aplicada
P_{\max}	Carga máxima aplicada
P_u	Carga aplicada por unidade de largura nas extremidades dos aderentes
r	Raio
r_o	Raio exterior
r_i	Raio interior
t	Espessura do substrato
t_{adesivo}	Espessura do adesivo
t_l	Tensão normal de tração aplicada
T_{\max}	Carga máxima de início de propagação da fenda majorada em 150% ou vetor de tração normal
t_{\min}	Espessura mínima do substrato
$t_{\text{substrato}}$	Espessura do substrato
U	Energia de deformação

U_c	Energia de corte
V	Parâmetro de carga transversal do substrato
w	Espessura do adesivo

Carateres gregos

γ	Deformação de corte
Γ	Parâmetro adimensional utilizado em Δ_I ou contorno arbitrário em torno da ponta da fenda utilizado no Integral J
γ_{\max}	Deformação de corte máxima
δ	Deslocamento
Δ_{aZPF}	Metade da extensão de FPZ à frente da fenda
δ_I	Abertura da fenda atual
Δ_I	Correção do comprimento de fenda para a contabilização da rotação dos aderentes
δ_{IC}	Abertura de rotura
$\Delta\sigma$	Variação da tensão
$\Delta\epsilon$	Variação da deformação
ϵ	Deformação à tração
ϵ_{\max}	Deformação à tração máxima
ϑ_0	Rotação dos aderentes na ponta da fenda
v_a	Deslocamento no adesivo
v_m	Deslocamento total
v_t	Deslocamento nos aderentes

σ_r	Tensão de rotura
σ_y	Tensão limite de elasticidade ou tensão de cedência à tração do metal do substrato
τ	Tensão de corte
τ_{max}	Tensão de corte máxima
τ_r	Tensão de rotura ao corte
τ_y	Tensão limite elástico ao corte
ϕ	Ângulo de rotação

Abreviaturas

4ENF	<i>Four-Point End-Notched Flexure</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CBBM	<i>Compliance-Based Beam Method</i>
CBT	<i>Corrected Beam Theory</i>
CCM	<i>Compliance Calibration Method</i>
CDCB	<i>Contoured Double-Cantilever Beam</i>
DBT	<i>Direct beam Theory</i>
DCB	<i>Double Cantilever Beam</i>
ECM	<i>Experimental Compliance Method</i>
ECT	<i>Edge-Crack Torsion</i>
ELS	<i>End-Loaded Slipt</i>
EN	<i>European Normalization</i>
ENF	<i>End-Notched Flexure</i>

FEUP	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto
ISEP	Instituto Superior de Engenharia do Porto
ISO	<i>International Standard Organization</i>
JIS	<i>Japanese Industrial Standard</i>
JSD	Junta de Sobreposição Dupla
JSS	Junta de Sobreposição Simples
LVDT	<i>Linear Variable Differential Transformers</i>
MFLE	Mecânica da Fratura Linear Elástica
NF	<i>Norme Française</i>
NPL	<i>National Physical Laboratory</i>
PEAD	Polietileno de alta densidade
PEBD	Polietileno de baixa densidade
PVC	Policloreto de vinilo
SBT	<i>Simple Beam Theory</i>
TAST	<i>Thick Adherend Shear Test</i>
TDCB	<i>Tapered Double-Cantilever Beam</i>
ZPF	Zona de Processo de Fratura

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Disciplinas envolvidas na ciência da adesão (adaptado de [3]).....	8
Figura 2 - Composição de uma junta adesiva (adaptado de [2]).....	8
Figura 3 - Comparação da distribuição de tensões - junta rebitada e junta adesiva (adaptado de [5])	10
Figura 4 – Curva básica de fadiga de amostras de alumínio sob a ação de cargas de tração pulsantes [6]	10
Figura 5 - Líquido moldado à superfície [6]	12
Figura 6 - Ângulo de contacto [8]	12
Figura 7 - Efeito da tensão superficial da água [9]	13
Figura 8 – Esquema da formação de uma ligação por difusão (adaptado de [4]).....	13
Figura 9 - Utilização de adesivo num automóvel [12]	14
Figura 10 - Modos comuns de carregamento de uma junta (adaptado de [15])	15
Figura 11 - Distribuição das tensões de tração (adaptado de [15]).....	16
Figura 12 – Relação da resistência ao corte com o comprimento ou largura de sobreposição (adaptado de [3]).....	17
Figura 13 - Distribuição de tensões de corte (à esquerda) e de clivagem e arrancamento (à direita) (adaptado de [15])	17
Figura 14 - Rotura adesiva (adaptado de [15])	18
Figura 15 - Rotura coesiva (adaptado de [15])	19
Figura 16 - Rotura mista (adaptado de [15])	19
Figura 17 -Principais fatores que afetam a resistência de juntas adesivas [20]	20
Figura 18 - Utilização de filme adesivo de poliimida no isolamento de bobines de motores [29].....	25
Figura 19 – Provete de ensaio em ligação topo a topo [31].....	26
Figura 20 - Provetes de acordo com a norma ISO 572-2 [31].....	27
Figura 21 - Aprisionamento de ar na película adesiva - a) fase inicial; b) deslocamento inicial; c) deslocamento completo (adaptado de [33])	27
Figura 22 - Molde utilizado no fabrico de provetes <i>bulk</i> : 1) placa inferior; 2) placa intermédia e 3) placa superior [34]	28
Figura 23 – Fabrico de provetes de acordo com a norma NF T 76-142 (adaptado de [35]).....	29
Figura 24 - a) Máquina de ensaios mecânicos Instron® 5960; b) amarras para provetes <i>bulk</i> (adaptado de [31]).....	30

Figura 25 - Extensómetro - a) mecânico; b) ótico [40]	31
Figura 26 - Curvas σ - ϵ obtidas no ensaio de tração do adesivo 3M® DP-8005 [4]	32
Figura 27 - Variáveis envolvidas no diagrama σ - ϵ [37]	32
Figura 28 - Métodos para determinação da σ_y [31]	33
Figura 29 - Provete Iosipescu: a) Maciço; b) em junta; c) <i>Layout</i> de ensaio tipo Wyoming (adaptado de [35])	34
Figura 30 - Provete e respetivas fixações para o ensaio <i>Arcan</i> (adaptado de [35])	35
Figura 31 - Geometria e ensaio do provete <i>napkin-ring test</i> [42]	36
Figura 32 - Provete TAST (dimensões em mm) segundo a norma ISO 11003-2 [42]	36
Figura 33 - Fixação para o ensaio TAST [42]	38
Figura 34 - Técnica de fabrico do provete (adaptado de [42])	38
Figura 35 - Curvas τ - γ de provetes TAST com adesivo 3M-DP 8005® por extensometria resistiva [4]	39
Figura 36 - Extensómetro com bobine LVDT [42]	40
Figura 37 - Medição dos deslocamentos no ensaio TAST (adaptado de [4])	41
Figura 38 - Modos básicos de rotura (adaptado de [49])	41
Figura 39 - Relação pictórica da propagação de uma rotura (adaptado de [50])	41
Figura 40 - Provete DCB de acordo com a norma ASTM D3433 [42]	42
Figura 41 - Provete TDCB de acordo com as normas ASTM (a) e ISO (b) [42]	42
Figura 42 - Curvas G_{IC-a} obtidas num ensaio TDCB (juntas de aderentes de alumínio e adesivo epóxico) [35]	43
Figura 43 - Propagação da fenda num provete DCB [42]	44
Figura 44 - Geometria de um provete DCB segundo a norma ASTM D3433 [42]	44
Figura 45 - Provete DCB com blocos de carregamento (a) e dobradiças (b) [42]	45
Figura 46 – Setup do ensaio DCB. Substratos com furos de carregamento (a) [4] e substratos com dobradiças (b) [31]	46
Figura 47- Curva P - δ de um ensaio DCB (substratos de aço C45E e adesivo 3M®D-P8005) [4]	46
Figura 48 - Esquema de ensaio DCB [42]	47
Figura 49 – (a) Fotografia captada durante um ensaio DCB; (b) pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda [42]	47
Figura 50 - Determinação da correção Δ pela regressão linear [42]	48
Figura 51- Representação esquemática da FPZ e do conceito de a_{eq} [42]	49

Figura 52 - Contorno arbitrário em torno da ponta da fenda [57]	50
Figura 53 - Representação esquemática da zona de fratura e relação gráfica t_n - δ_n [42]	51
Figura 54 - Representação esquemática de um ensaio ENF [42]	52
Figura 55 - Representação esquemática de um ensaio 4ENF [42]	53
Figura 56 - Representação esquemática de um ensaio ELS [42]	53
Figura 57 - Propagação na fenda num provete ENF [42].....	54
Figura 58 - Provete ENF [42].....	55
Figura 59 - Representação esquemática de um ensaio ENF [42]	55
Figura 60 - Curvas- R de um ensaio ENF pelos diferentes métodos [64]	56
Figura 61 – (a) Fotografia captada durante um ensaio ENF; (b) pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda [42]	56
Figura 62 - Processo de obtenção de G_{IIC} e da lei coesiva ao corte através do método direto [42]	59
Figura 63 - Influência da cortiça na resistência à tração [68].....	60
Figura 64 -Representação esquemática da deformação máxima (esquerda) e do módulo de Young (direita) de provetes com e sem cortiça, quando sujeitos a uma força de tracção uniaxial [68].....	61
Figura 65 – Curva de tensão-deformação de tração de provetes com (direita) e sem tratamento de plasma (esquerda) para diferentes concentrações de cortiça (s/ cortiça, 0,25 e 1%) e diferentes tamanhos (125-250 e 53-38 μm) [70].....	61
Figura 66 – Tensão máxima de provetes com diferentes quantidades de cortiça no ensaio <i>bulk</i> [71]	62
Figura 67 – Embalagens do adesivo e endurecedor escolhido [73]	65
Figura 68 - Pó de cortiça expandida [76]	67
Figura 69 - Dimensões dos provetes maciços de adesivo pela norma NF T 76-142 [77]	68
Figura 70 – Exemplo de molde para fabrico de provetes <i>bulk</i> [42].....	68
Figura 71 - Placa intermédia do molde utilizado [36].....	68
Figura 72 - Placa superior após cromagem dura e retificação [36]	69
Figura 73 - Limpeza da placa intermédia com acetona [36].....	69
Figura 74 - Forno utilizado para o aquecimento do molde [78].....	70
Figura 75 - Aplicação do desmoldante [36]	70
Figura 76 - Preparação do molde finalizada	70
Figura 77 - Preparação do adesivo base	71
Figura 78 - Molde preparado para aplicação do adesivo	71

Figura 79 – Aplicação da mistura no molde	72
Figura 80 – Fecho do molde e o excesso de adesivo.....	72
Figura 81 - Provetes na placa intermédia.....	73
Figura 82 - Provetes bulk.....	73
Figura 83 - Inspeção de vazios nos provetes <i>bulk</i> [31]	73
Figura 84 - Máquina universal de ensaios Shimadzu Autograph AG-X 100 [79]	74
Figura 85 - Provete quebrado na extração do molde.....	76
Figura 86 - <i>Setup</i> do ensaio de tração	76
Figura 87 - Extensómetro mecânico.....	77
Figura 88 - Aplicação do extensómetro.....	77
Figura 89 - Curvas $P-\delta$ de provetes <i>bulk</i>	78
Figura 90 - Curvas $P-\delta$ de provetes <i>bulk</i> - Comparação das condições	79
Figura 91 - Curvas $\sigma-\epsilon$ de provetes bulk	80
Figura 92 - Provetes <i>bulk</i> após ensaio	80
Figura 93 - Defeito no provete <i>bulk</i>	81
Figura 94 - Provetes TAST segundo a norma ISO 11003-2 [42]	83
Figura 95 - Aplicação de desmoldante [42]	84
Figura 96 - Substratos preparados para adesão [31]	85
Figura 97 - Etapas da preparação dos provetes TAST	86
Figura 98 - Provetes TAST após a preparação	86
Figura 99 - <i>Setup</i> para o ensaio TAST (a); pormenor de fixação do extensómetro (b) [31]	88
Figura 100 - Curvas $P-\delta$ dos provetes TAST	89
Figura 101 – Curvas $P-\delta$ dos provetes TAST – Comparação das condições.....	90
Figura 102 - Curvas $\tau-\gamma$ dos provetes TAST	90
Figura 103 - Curva $\tau-\gamma$ do provete 1 da condição sem aditivo com reta tangente à zona elástica.....	91
Figura 104 - Provetes TAST após ensaio.....	92
Figura 105 - Configuração dos provetes DCB utilizados (adaptado de [42])	94
Figura 106 - Dimensões dos provetes DCB (em mm) (adaptado de [42])	95
Figura 107 - Granalhadora CIDBLAST RT6S.....	95
Figura 108 - Substrato após granalhagem.....	96

Figura 109 - Pormenor de fitas de aço com lâmina para garantir a espessura do adesivo desejada e simular a pré-fenda [42]	96
Figura 110 - Pormenor de calço para garantir a espessura do adesivo desejado [42].....	96
Figura 111 - Loctite® Super Cola 3 [80]	97
Figura 112 - Substrato inferior com calços.....	97
Figura 113 - Aplicação manual do adesivo	98
Figura 114 - Substrato DCB após aplicação do adesivo.....	98
Figura 115 - Provete DCB com grampos.....	99
Figura 116 - Abrasão dos excessos laterais do provete DCB [38].....	100
Figura 117 - Provete DCB após aplicação da tinta corretora e escala	100
Figura 118 - Provete DCB antes da aplicação das dobradiças	101
Figura 119 – <i>Setup</i> do ensaio DCB	102
Figura 120 - Registo fotográfico durante o ensaio DCB. Início (a) e momentos antes da rotura (b).	103
Figura 121 - Curvas $P-\delta$ pelo método CBBM	104
Figura 122 -Ensaio DCB - Provete 2 com 0,5% de pó de cortiça expandida	104
Figura 123 - Ensaio DCB – Comparação dos vários estados da mistura	105
Figura 124 - Curvas- R obtidas pelo provete 3 de cada condição no ensaio DCB	106
Figura 125 - Aspeto das superfícies de rotura dos provetes DCB. a) 0% aditivo; b) 0,25% aditivo; c) 0,5% aditivo; d) 1% aditivo	107
Figura 126 - Configuração dos provetes ENF utilizados (adaptado de [42])	109
Figura 127 - Dimensões dos provetes ENF (em mm) (adaptado de [42]).....	109
Figura 128 - Substrato ENF após granalhagem.....	109
Figura 129 - Posição do calço de calibração com lâmina de pré-fenda (adaptado de [42]).....	110
Figura 130 - Substrato ENF após colagem dos calços apropriados	110
Figura 131 - Aplicação manual do adesivo	110
Figura 132 - Provetes ENF com grampos na zona dos calços durante o processo de cura	111
Figura 133- <i>Setup</i> para o ensaio ENF	113
Figura 134 – <i>Setup</i> do ensaio ENF – a) vista geral; b) detalhe do elemento de carga [38]	113
Figura 135 - Registo fotográfico durante o ensaio ENF. Início (a) e momentos antes do fim (b).....	114
Figura 136 - Curvas $P-\delta$ dos provetes ENF	115

Figura 137 – Curvas $P-\delta$ dos provetes ENF – Comparação das condições.....	116
Figura 138 - Curvas- R representativas de cada condição.....	117
Figura 139 - Propagação final da fenda nos provetes ENF	117
Figura 140 - Comparação da tensão de rotura à tração - Fabricante vs Ensaio realizados	121
Figura 141 - Bolha de ar na zona de rotura	121
Figura 142 - Tensão de rotura vs % Aditivo – Ensaio <i>bulk</i>	123
Figura 143 - Tensão de rotura vs % Aditivo – Ensaio TAST.....	125
Figura 144 - Valores médios e respetivos desvios padrão de G_{IC} para o adesivo Araldite® AV138 pelos diferentes métodos.....	126
Figura 145 – Comparação do valor de G_{IIC} nas diferentes condições.....	129

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Evolução dos adesivos após 1900 (adaptado de [2])	7
Tabela 2 - Vantagens e desvantagens das ligações adesivas relativamente a métodos tradicionais de ligação (adaptado de [4])	9
Tabela 3 - Propriedades dos adesivos estruturais [21, 22, 23]	21
Tabela 4 - Propriedades do adesivo selecionado [72]	66
Tabela 5 - Propriedades mecânicas da cortiça expandida [75]	67
Tabela 6 - Dimensões dos provetes <i>bulk</i>	75
Tabela 7 - Resumo dos provetes <i>bulk</i> com defeito	81
Tabela 8 - Propriedades mecânicas do adesivo/mistura	82
Tabela 9 - Dimensões dos provetes TAST	87
Tabela 10 - Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio TAST	92
Tabela 11 - Dimensões dos provetes DCB	101
Tabela 12 - Valores de G_{IC} pelos métodos CCM, CBT e CBBM	107
Tabela 13 - Valores obtidos na medição de a_0 para os provetes ENF	112
Tabela 14 - Comprimento de propagação da fenda	118
Tabela 15 - Propriedades mecânicas retiradas do ensaio ENF	119
Tabela 16 - Comparação da tensão de rotura - Fabricante vs Ensaio realizados (sem provetes com defeito)	122
Tabela 17 - Comparação das propriedades obtidas pelo ensaio de tração	122
Tabela 18 - Análise das propriedades mecânicas da mistura	123
Tabela 19 - Comparação das propriedades de fratura à tração	126
Tabela 20 - Comparação das propriedades de fratura à tração pelo método CBBM	127
Tabela 21 - Comparação das propriedades de fratura ao corte	128

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO	3
1.1	Contextualização	3
1.2	Objetivos	3
1.3	Organização da dissertação	4
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
2.1	Ligações adesivas	7
2.1.1	Caraterização das ligações adesivas.....	8
2.1.2	Aplicações comuns das juntas adesivas	14
2.1.3	Tipos de esforços.....	15
2.1.3.1	Tração/compressão	15
2.1.3.2	Corte	16
2.1.3.3	Clivagem.....	17
2.1.3.4	Arrancamento	17
2.1.4	Modos de rotura	18
2.1.4.1	Rotura adesiva	18
2.1.4.2	Rotura coesiva	18
2.1.4.3	Rotura mista	19
2.1.5	Parâmetros que afetam o desempenho das juntas	19
2.1.6	Configurações possíveis de junta	20
2.2	Adesivos estruturais	20
2.2.1	Caraterização dos adesivos estruturais.....	21
2.2.2	Tipos de adesivos estruturais	21
2.2.2.1	Adesivos acrílicos	23
2.2.2.2	Adesivos epóxidos.....	23
2.2.2.3	Adesivos poliuretanos.....	24
2.2.2.4	Adesivos fenólicos.....	24

2.2.2.5	Adesivos poliimida	25
2.3	Determinação das propriedades de adesivos	25
2.3.1	Caraterização das propriedades mecânicas à tração	25
2.3.1.1	Tipos de ensaio	25
2.3.1.2	Ensaio de tração em juntas topo a topo	26
2.3.1.3	Ensaio de tração em provetes maciços (bulk)	26
2.3.1.4	Procedimento de ensaio	29
2.3.2	Caraterização das propriedades mecânicas ao corte	33
2.3.2.1	Tipos de ensaio	33
2.3.2.2	Ensaio losipescu	34
2.3.2.3	Ensaio Arcan	34
2.3.2.4	Ensaio de torção em juntas topo a topo	35
2.3.2.5	Ensaio TAST	36
2.3.2.5.1	Procedimento de ensaio	37
2.3.3	Caraterização das propriedades de fratura à tração	41
2.3.3.1	Tipos de ensaio	42
2.3.3.2	Ensaio Double-Cantilever Beam	44
2.3.3.3	Procedimento de ensaio de provetes DCB	45
2.3.3.4	Métodos de redução para G_{IC}	47
2.3.3.4.1	Métodos que requerem a medição do comprimento de fenda	47
2.3.3.4.2	Métodos baseados no comprimento de fenda equivalente	49
2.3.3.4.3	Métodos baseados no Integral J	50
2.3.4	Caraterização das propriedades de fratura ao corte	52
2.3.4.1	Tipos de ensaio	52
2.3.4.2	Ensaio End-Notched Flexure	53
2.3.4.3	Procedimento de ensaio de provetes ENF	55
2.3.4.4	Métodos de redução para G_{IIC}	56
2.3.4.4.1	Métodos que requerem a medição do comprimento de fenda	56
2.3.4.4.2	Métodos baseados no comprimento de fenda equivalente	58

2.3.4.4.3	Métodos baseados no Integral J	59
2.3.5	Aditivação por partículas.....	59
2.3.5.1	Partículas de cortiça.....	60
3	DESENVOLVIMENTO.....	65
3.1	Caraterização do adesivo	65
3.2	Caracterização do aditivo	66
3.3	Ensaio mecânicos à tração	68
3.3.1	Fabricos dos provetes.....	68
3.3.1.1	Preparação do molde.....	69
3.3.1.2	Aplicação do adesivo/mistura.....	71
3.3.2	Ensaio de tração.....	74
3.3.2.1	Preparação e condições de ensaio.....	74
3.3.2.2	Medição das deformações.....	77
3.3.3	Resultados obtidos	78
3.3.3.1	Curvas $P-\delta$ e $\sigma-\epsilon$	78
3.3.3.2	Rotura dos provetes bulk.....	80
3.3.3.3	Propriedades mecânicas à tração	81
3.4	Ensaio mecânicos ao corte	83
3.4.1	Fabrico dos provetes	83
3.4.1.1	Provetes TAST	83
3.4.1.2	Preparação do gabarit e substratos.....	84
3.4.1.3	Colagem e cura dos provetes.....	85
3.4.1.4	Preparação para ensaio	86
3.4.2	Realização dos ensaios ao corte	86
3.4.2.1	Preparação e condições do ensaio	86
3.4.2.2	Medição das deformações.....	88
3.4.3	Resultados obtidos	88
3.4.3.1	Curvas $P-\delta$ e $\tau-\gamma$	88

3.4.3.2	Rotura dos provetes TAST.....	91
3.4.3.3	Propriedades mecânicas ao corte.....	92
3.5	Ensaio de fratura à tração.....	94
3.5.1	Fabrico dos provetes.....	94
3.5.1.1	Provetes DCB.....	94
3.5.1.2	Preparação dos provetes.....	95
3.5.1.3	Colagem e cura dos provetes.....	98
3.5.1.4	Preparação para ensaio.....	99
3.5.2	Realização dos ensaios de fratura à tração.....	101
3.5.2.1	Preparação e condições do ensaio.....	101
3.5.2.2	Preparação e condições do ensaio.....	103
3.5.3	Resultados obtidos.....	103
3.5.3.1	Curvas P- δ e R.....	103
3.5.3.2	Rotura dos provetes DCB.....	106
3.5.3.3	Propriedades de fratura à tração.....	107
3.6	Ensaio de fratura ao corte.....	108
3.6.1	Fabrico dos provetes.....	108
3.6.1.1	Provetes ENF.....	108
3.6.1.2	Preparação dos provetes.....	109
3.6.1.3	Colagem e cura dos provetes.....	110
3.6.1.4	Preparação para o ensaio.....	111
3.6.2	Realização dos ensaios de fratura ao corte.....	111
3.6.2.1	Preparação e condições do ensaio.....	111
3.6.2.2	Parâmetros medidos durante o ensaio.....	114
3.6.3	Resultados obtidos.....	114
3.6.3.1	Curvas P- δ e R.....	114
3.6.3.2	Rotura dos provetes ENF.....	117
3.6.3.3	Propriedades de fratura ao corte.....	118
3.7	Discussão dos resultados obtidos.....	120

3.7.1	Ensaio mecânico à tração.....	120
3.7.2	Ensaio mecânico ao corte	124
3.7.3	Ensaio de fratura à tração.....	125
3.7.4	Ensaio de fratura ao corte	127
4	CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS.....	133
4.1	CONCLUSÕES	133
4.2	PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS	134
5	BIBLIOGRAFIA.....	138
6	ANEXOS	147
6.1	FICHA TÉCNICA ARALDITE® AV138	147

INTRODUÇÃO

- 1.1 Contextualização
- 1.2 Objetivos
- 1.3 Organização da dissertação

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contextualização

As juntas adesivas são, cada vez mais, uma alternativa e/ou complemento às comuns ligações mecânicas, devido às suas múltiplas vantagens. A possibilidade simultânea de ligar e vedar, a capacidade de unir formas complexas e superfícies irregulares, aliadas à redução de concentração de tensões e a um efeito de amortecimento de vibrações são algumas das vantagens que este tipo de solução pode oferecer.

Os modos de carregamento elementares das juntas adesivas são a tração, o corte, o arrancamento e a clivagem. No entanto, em aplicações reais, estes modos coincidem obrigando a estrutura a suportar esse esforço, de forma a não colapsar. Deste modo, é importante conhecer todas as faculdades do adesivo aplicado para que a estrutura esteja corretamente dimensionada.

A utilização crescente deste tipo de materiais origina uma elevada busca de novos adesivos e combinações para preencher os diversos requisitos e necessidades impostos pela indústria. A cadência de criação de novos adesivos, altamente especializados e focados numa aplicação específica, tem feito com que haja um enorme número de estudos nesta área, procurando otimizações e, sobretudo, caracterizações dos mesmos. Com estas investigações pretende-se o conhecimento de dados para comparação entre adesivos, combinação de adesivos com outros materiais e, até, com outro tipo de ligações.

O presente trabalho pretende contribuir e, porventura, encontrar uma nova fórmula de obter propriedades mecânicas mais capazes numa ligação por junta adesiva através da adição de pó de cortiça expandida.

1.2 Objetivos

O objetivo da presente dissertação é a caracterização das propriedades mecânicas e de fratura do adesivo estrutural Araldite® AV138 modificado com pó de cortiça expandida, de modo a antecipar o seu comportamento quando inserido numa aplicação real.

Para o efeito, são realizados ensaios de tração, de corte e de tenacidade à fratura (em modo I e II). Após o ensaio de tração são determinadas as propriedades relativas ao módulo de Young, tensão limite elástico à tração, tensão de rotura à tração e deformação de rotura à tração. Do ensaio de corte são retirados o módulo de corte, tensão limite elástico ao corte, tensão de rotura ao corte e deformação de rotura ao

corte. Os ensaios de tenacidade à fratura à tração e ao corte resultam na determinação da taxa crítica de libertação de energia de deformação em modo I e modo II, respetivamente. Para a realização dos ensaios referidos, é necessário fabricar os provetes adequados para cada um dos ensaios a realizar. Considera-se ainda a utilização de métodos específicos para a determinação da tenacidade à fratura em modo I e em modo II, uns deles que requerem a medição do comprimento de fenda e outros baseados num comprimento de fenda equivalente. O tratamento dos dados obtidos dos diversos ensaios permite verificar qual a concentração ideal de pó de cortiça expandida para utilização em aplicações diversas.

1.3 Organização da dissertação

A presente dissertação encontra-se dividida em 4 capítulos:

- Capítulo 1 – São definidos os objetivos da dissertação e o seu contexto e apresentada a estrutura da mesma.
- Capítulo 2 – Neste ponto é realizada a revisão bibliográfica e apresentado o estado da arte. Neste capítulo é feita a comparação entre as ligações adesivas e os métodos mais convencionais, descreve-se a tipologia e caracterização dos adesivos estruturais, são apresentados os ensaios utilizados para determinar as características mecânicas do adesivo e, ainda, são abordados alguns dos trabalhos mais relevantes relativos ao tema principal da dissertação.
- Capítulo 3 – Refere-se a todo o trabalho prático desenvolvido: apresentação do adesivo e do aditivo e a caracterização da mistura. Para o efeito, foram realizados quatro tipos de ensaios, dos quais dois são mecânicos, um à tração e outro ao corte, e os outros dois são de fratura, também à tração e ao corte. Para cada um dos ensaios estão descritas todas as etapas que foram feitas até à discussão de resultados.
- Capítulo 4 – São apresentadas as principais conclusões obtidas a partir do desenvolvimento da dissertação, são sumariadas as propriedades da mistura estudada e deixam-se propostas para a realização de trabalhos futuros.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

- 2.1 Ligações adesivas
- 2.2 Adesivos estruturais
- 2.3 Determinação das propriedades de adesivos

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Ligações adesivas

Definem-se como ligações adesivas as conexões feitas pela ação de um adesivo capaz de promover a adesão entre duas superfícies através de forças atrativas intermoleculares primárias ou secundárias, podendo promover uma resistência que pode, até, superar as forças coesivas dos próprios substratos [1].

Historicamente, é impossível datar a primeira colagem, embora uma das primeiras técnicas para construir artefactos tenha sido a ligação adesiva. Segundo Johann Koller e Ursula Baumer, cientistas do Instituto Doerner, algumas ferramentas da era Neandertal com resíduos de uma substância adesiva obtida da resina de bétula foram encontradas nas Montanhas Harz, em Koenigsau, na Alemanha, datando de 80000 anos [2]. Não sendo uma descoberta atual, os adesivos apenas no último século tiveram uma inovação acelerada, estando a mesma resumida na Tabela 1.

Tabela 1 - Evolução dos adesivos após 1900 (adaptado de [2])

<1910	1910	1920	1930	1940	1950	1960	1970	1980	1990
Adesivos vegetais; Cola de peixe; Cola à base de ossos de animais;	Fenol Formaldeído	Neoprene; Ester de celulose; Resina Alquílica;	Cola de acetato de polivinil; Adesivo de resina fenólica	Acrílico; Poliuretano; Fenólico-Vinílico; Fenólico-Nitrilo	Epóxidos; Cianoacrilatos; Anaeróbicos	Poliimida	Poliuretanos estruturais; Nova geração de acrílicos	Epóxidos e adesivos de contacto à base de água	Epóxido modificado em poliuretano; Sistemas de cura UV

A ciência e tecnologia das juntas adesivas é uma área verdadeiramente pluridisciplinar, que requer o domínio de conceitos fundamentais de uma série de disciplinas científicas. Na Figura 1 estão ilustradas as matérias basilares da ciência da adesão. As ciências primárias de física, mecânica e química fundem-se em certas áreas para formar as disciplinas de ciência das superfícies, materiais poliméricos e projeto da junta que resultam na ciência da adesão. Estas disciplinas contêm ramos mais específicos, como a reologia de polímeros e mecânica da fratura, que são também muito revelantes. Cada uma destas matérias contribui significativamente para a ciência da adesão e para a sua aplicação em produtos industriais [3].

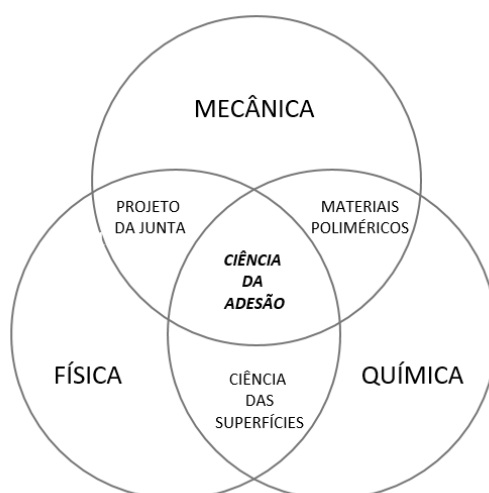


Figura 1 - Disciplinas envolvidas na ciência da adesão (adaptado de [3])

2.1.1 Caracterização das ligações adesivas

Os processos de ligação entre materiais podem ser divididos em três métodos genéricos:

- Periódico – estão incluídas as ligações aparafusadas ou rebitadas que se diferenciam por serem facilmente desmontáveis;
- Linear – ligações de arestas, cantos ou junções através de soldadura;
- Área – caracterizada por ter uma face inteira de contacto entre as superfícies [2].

As ligações adesivas estão incluídas no método de área porque a conexão dos materiais é feita através de toda a face de contacto ou, pelo menos, de toda a largura que será solicitada. A Figura 2 mostra, de forma esquemática, a composição de uma junta adesiva.

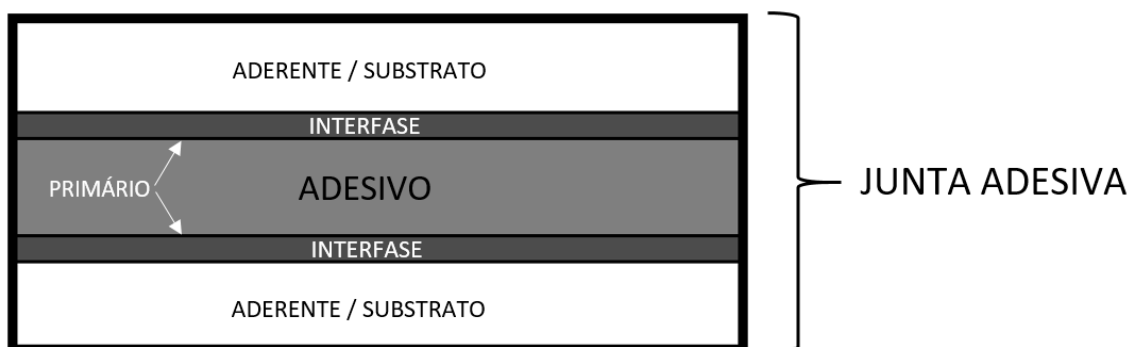


Figura 2 - Composição de uma junta adesiva (adaptado de [2])

Cada uma das partes que compõem a junta adesiva têm uma função bastante clara, que estão esclarecidas a seguir [4]:

- Aderente/Substrato – é o material, corpo ou componente a ser ligado através de um adesivo. Depois da ligação, o substrato é normalmente designado por aderente, porém o uso sem distinção também é comum;
- Interface – região entre o adesivo e o aderente que se estende desde um ponto no aderente, onde as propriedades locais (físicas, químicas, mecânicas e morfológicas) começam a alterar-se desde as propriedades *bulk* do aderente, até um ponto no adesivo, onde as propriedades locais igualam as propriedades *bulk* no adesivo;
- Primário – aplicado, por vezes, para melhorar a adesão ou proteger a superfície até à aplicação do adesivo;
- Adesivo – é um material polimérico capaz de promover a união entre dois substratos e com capacidade de resistir à sua separação, pela ação combinada de diferentes forças: as adesivas (adesão) e as coesivas (coesão).

A escolha do processo de ligação adesiva, em detrimento de outro tipo de ligação, assenta essencialmente nas vantagens que este método proporciona quando comparado com os mais tradicionais. A Tabela 2 mostra os prós e os contras do processo de ligações adesivas.

Tabela 2 - Vantagens e desvantagens das ligações adesivas relativamente a métodos tradicionais de ligação (adaptado de [4])

VANTAGENS	DESVANTAGENS
Capacidade de obter estruturas com maior leveza e rigidez	Típica impossibilidade de separar as peças após colagem
Capacidade de unir materiais diferentes	Dificuldade ao nível das inspeções
Capacidade de unir eficientemente materiais de espessuras finas	Possibilidade de ocorrência de tensões residuais resultantes dos diferentes coeficientes de expansão térmica
Melhor distribuição das tensões	Sensibilidade a tensões de tração segundo a espessura
Melhor resistência à corrosão	Problemas de toxicidade e inflamabilidade
Boa capacidade de vedação	Suscetíveis a degradação ambiental
Boa aparência superficial	
Fabrico de formas complexas	

Das vantagens enumeradas, as mais importantes e diferenciadoras estão relacionadas com os esforços mecânicos e a distribuição de tensões, que são mais uniformes em juntas coladas comparando com as ligações periódicas. A Figura 3 mostra essa comparação.

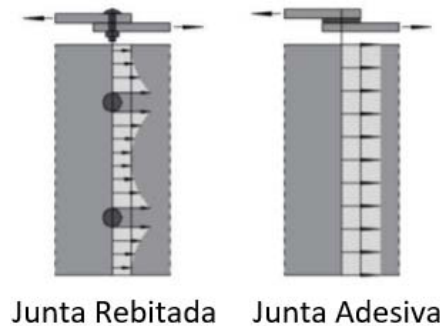


Figura 3 - Comparação da distribuição de tensões - junta rebitada e junta adesiva (adaptado de [5])

A imagem anterior mostra o fenômeno de concentração de tensões junto dos furos que muitas vezes origina rotura prematura por fadiga, algo que acontece em ligações aparafusadas ou rebitadas [5]. As ligações adesivas permitem que as tensões sejam absorvidas ou transferidas ao longo de uma área superior, possibilitando obter estruturas que são mais resistentes tanto em termos estáticos como na resistência à fadiga, ilustrado exemplarmente no gráfico da Figura 4 [2]. Além desta limitação, existe o aspeto estético: nas ligações periódicas não é possível ter uma superfície limpa, isenta de furos, ao invés das ligações adesivas.

Em contrapartida, as ligações periódicas são facilmente desmontáveis e mais rápidas de efetuar.

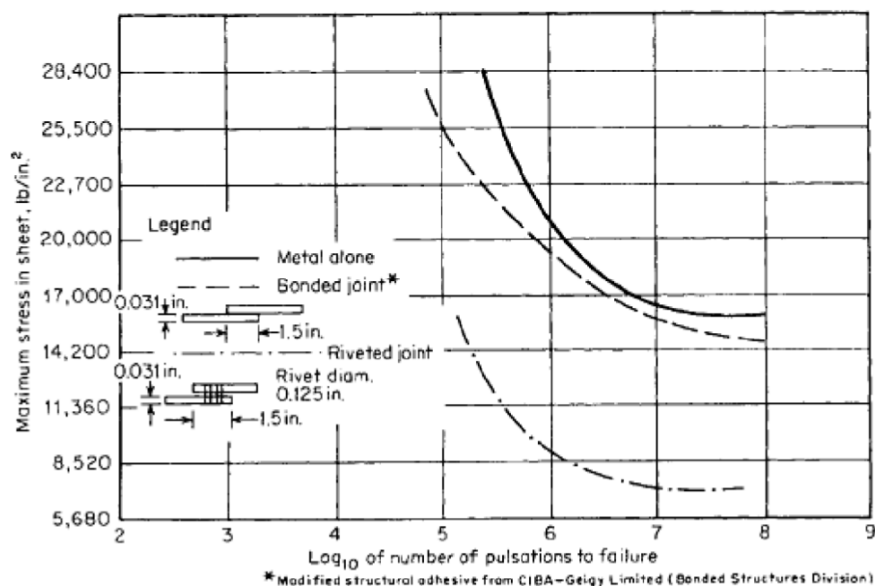


Figura 4 – Curva básica de fadiga de amostras de alumínio sob a ação de cargas de tração pulsantes [6]

A ligação adesiva exige uma cuidada preparação das superfícies dos substratos para obter resultados satisfatórios: abrasão mecânica, desengorduramento com solventes, ataques químicos, primários, entre outros [2].

O grande entrave na utilização dos adesivos, atualmente, ainda é a falta de um critério universal para projetar e dimensionar uma junta, o que faz com que os projetistas/engenheiros recorram a rebites ou parafusos, que têm critérios de dimensionamento consolidados.

As forças envolvidas nos adesivos são maioritariamente de ligações secundárias, de van der Waals, porém existem várias menos frequentes [4]:

- **Ligações Primárias** – Existem três tipos de ligações primárias: as iónicas, as covalentes e as metálicas. Estas ligações são intensas quando comparadas com as secundárias.
As ligações iónicas resultam da transferência de eletrões de um átomo para outro, o que origina a união de iões por forças de Coulomb (atração entre iões carregados positivamente e negativamente).
As ligações covalentes resultam do compartilhamento de eletrões, sem ganhos nem perdas, para completar a última camada.
As ligações metálicas resultam da partilha de eletrões que não se encontram ligados a qualquer átomo, em particular no sólido, e estão relativamente livres para se movimentar ao longo de todo o metal.
- **Ligações Secundárias ou de van der Waals** – Existem três tipos de ligações secundárias: as forças de London, as forças de Debye e as forças de Keesom.
As forças de London são um tipo de força que atua entre átomos e moléculas. Os átomos ao estarem em constante movimento e, num determinado instante, os centros de carga negativo e positivo não coincidirem originam a formação de dipolos temporários. Estes dipolos podem induzir à formação de dipolos nos átomos e moléculas apolares adjacentes.
As forças de Debye resultam da interação dipolo permanente e dipolo induzido. É uma ligação que ocorre entre uma molécula polar e uma molécula que pode ser polarizada na presença da molécula polar.
As forças de Keesom estabelecem ligações entre moléculas ou grupos de moléculas polares, onde o polo positivo de um dos dipolos atrai o polo negativo do outro.
- **Ligações de Hidrogénio** – Com propriedades intermédias entre as ligações primárias e secundárias, dependem das propriedades do hidrogénio. Ocorrem quando existem átomos de hidrogénio ligados diretamente a um átomo muito eletronegativo que podem estabelecer pontes a outros átomos muito eletronegativos.

Apesar das forças de ligação enunciadas, não é suficiente encostar as superfícies de dois corpos para haver adesão. Isto acontece porque todas as superfícies sólidas têm

rugosidade que impede a aproximação intermolecular que dista, nas superfícies mais polidas, pelo menos mil vezes mais que as distâncias de ação das forças de ligação.

Para haver adesão, então, será necessário um material que se conforme à superfície, como exemplificado na Figura 5, em todos os pontos, razão pela qual os adesivos são sempre aplicados no estado líquido.



Figura 5 - Líquido moldado à superfície [6]

No entanto, é necessário o líquido curar para ter capacidade de suportar esforços. Para o efeito existem três formas distintas de mudar de fase: perda de solvente, solidificação do material fundido ou por reação química, que é o método preferencial nos adesivos estruturais [2, 4].

Para se proporcionar uma boa adesão é necessário que haja uma molhagem eficiente da superfície sólida. A molhagem está intimamente relacionada com o ângulo de contacto, a energia livre de superfície e a tensão de superfície.

- Ângulo de Contacto – refere-se ao ângulo que forma a superfície de um líquido ao entrar em contacto com um sólido, ilustrado na Figura 6. Quanto menor o ângulo, maior a capacidade de a superfície ser molhada [7].

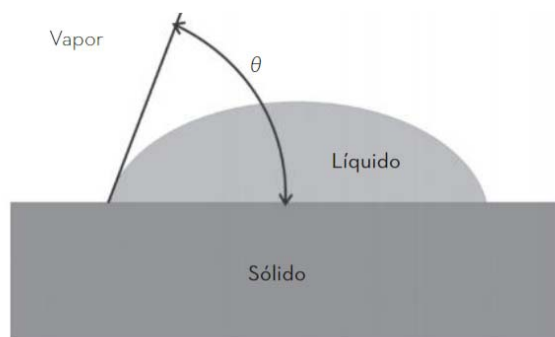


Figura 6 - Ângulo de contacto [8]

- Energia de Superfície Livre e Tensão Superficial – Ao contrário do que acontece no interior de um líquido, em que as forças de atração entre as moléculas estão em equilíbrio em todas as direções, na superfície o equilíbrio não existe. Essa desigualdade de atrações na superfície cria uma força que age como uma fina película na superfície da água, como mostra a Figura 7 [4].



Figura 7 - Efeito da tensão superficial da água [9]

As teorias da adesão estão fundadas em quatro hipóteses: a mecânica, a adsorção, a difusão e eletrostática. As mesmas estão explicadas a seguir:

- Teoria Mecânica – Neste caso a força de adesão predominante corresponde à fixação do adesivo nas irregularidades da superfície do substrato. Segundo esta teoria, para uma boa adesão, a superfície a colar deve apresentar uma rugosidade adequada, devendo selecionar-se um adesivo com viscosidade suficientemente baixa para preencher completamente os detalhes da superfície.
- Teoria da Adsorção – Esta teoria explica a adesão como as forças interatômicas e intermoleculares desenvolvidas nas superfícies do adesivo e do substrato quando se estabelece um íntimo contacto molecular na interface. Com este contacto, os defeitos na interface serão minimizados ou eliminados. Este tipo de contacto ocorre quando a superfície do substrato possui uma boa molhagem [4].
- Teoria da Difusão – Segundo esta teoria a adesão desenvolve-se quando dois substratos são solúveis e existe mobilidade molecular suficiente para que ocorra a difusão entre as superfícies em contacto. Como resultado da interdifusão deixa de existir uma verdadeira interface entre as duas superfícies, tal como esquematizado na Figura 8 [4].

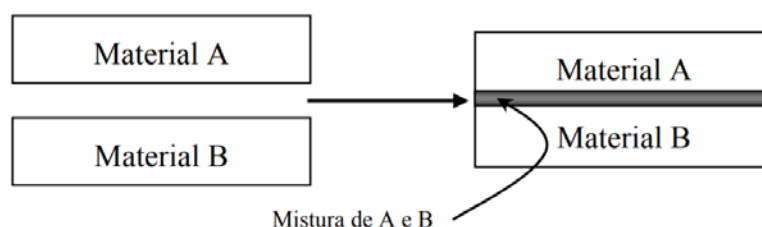


Figura 8 – Esquema da formação de uma ligação por difusão (adaptado de [4])

Neste caso, para a obtenção de uma boa adesão, o adesivo e o aderente deverão ser poliméricos, que tenham capacidade de movimento e que sejam compatíveis e miscíveis.

- Teoria Eletrostática - Esta teoria implica a transferência de eletrões entre duas superfícies, do material eletropositivo para o eletronegativo. Porém, o fenómeno da adesão poderia ser essencialmente explicado pela eletrostática. No entanto, existe alguma controvérsia no sentido em que estas forças podem não ser a causa, mas apenas o resultado, de uma junta resistente [4,10,11].

2.1.2 Aplicações comuns das juntas adesivas

A indústria aeronáutica e naval são as grandes responsáveis pelo desenvolvimento das ligações adesivas que, em grande parte, se ficou a dever ao elevado recurso a materiais compósitos utilizados nestas áreas [3].

Na indústria automóvel a utilização é massiva, tal como é demonstrado na Figura 9, já que a preocupação em reduzir o peso do automóvel para diminuir consumos e aumentar velocidades originou o recurso a materiais leves, como o alumínio ou plásticos reforçados com fibras. Além da performance, a estética também foi muito importante para a utilização dos adesivos nesta área, porque estes permitem a criação de superfícies lisas sem comprometer a funcionalidade.

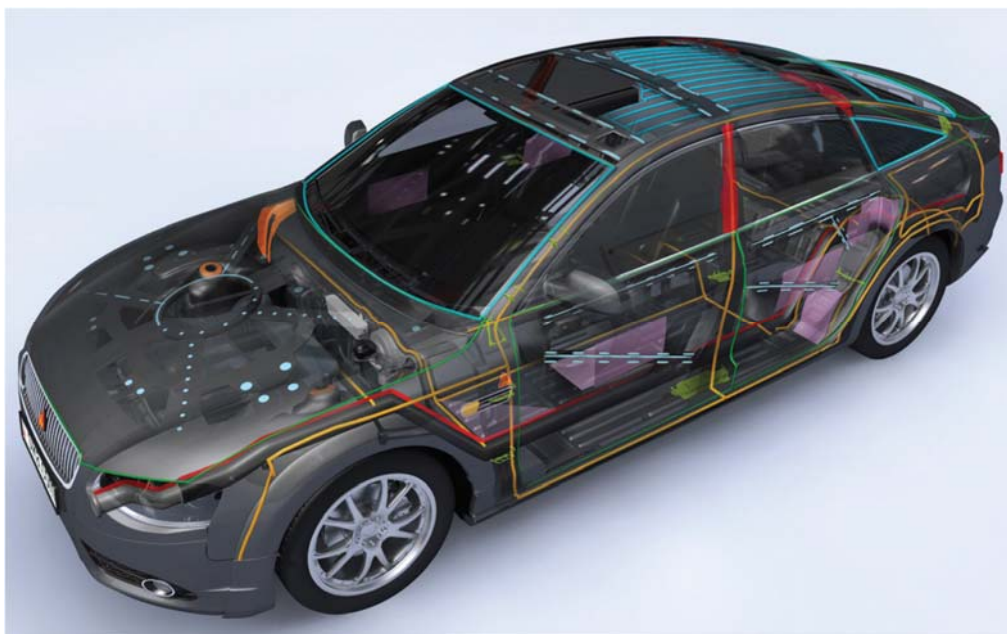


Figura 9 - Utilização de adesivo num automóvel [12]

A indústria têxtil, especialmente a do calçado, também tem tirado partido desta evolução, havendo normas específicas, como a EN-15307, que regem os requisitos mínimos de resistência dos adesivos neste tipo de produtos.

O desporto seguiu esta evolução e aproveitou da melhor forma este progresso. Hoje, as raquetas, os tacos de golfe ou *snooker*, as pranchas de *surf* ou *snowboard* com melhor rendimento são feitas à base de materiais compósitos que utilizam as ligações adesivas.

São inúmeras e variadas as áreas que têm vindo a adaptar os seus processos de fabrico para beneficiar das vantagens que as ligações adesivas proporcionam e, com o seu contínuo crescimento, será natural que a sua utilização venha a equiparar-se e, porventura, superar os tipos de fixação convencionais.

2.1.3 Tipos de esforços

O objetivo do projeto de junta é obter a força máxima para uma determinada área de uma ligação. A junta adesiva ideal é aquela em que, sob todas as condições práticas de carregamento, o adesivo é tensionado na direção em que mais resiste à falha [13].

São quatro os modos comuns de carregamento que a ligação poderá ter de suportar: tração/compressão, corte, clivagem e arrancamento. Qualquer combinação ou variação dessas tensões, ilustradas na Figura 10, pode ser encontrada numa aplicação [14].

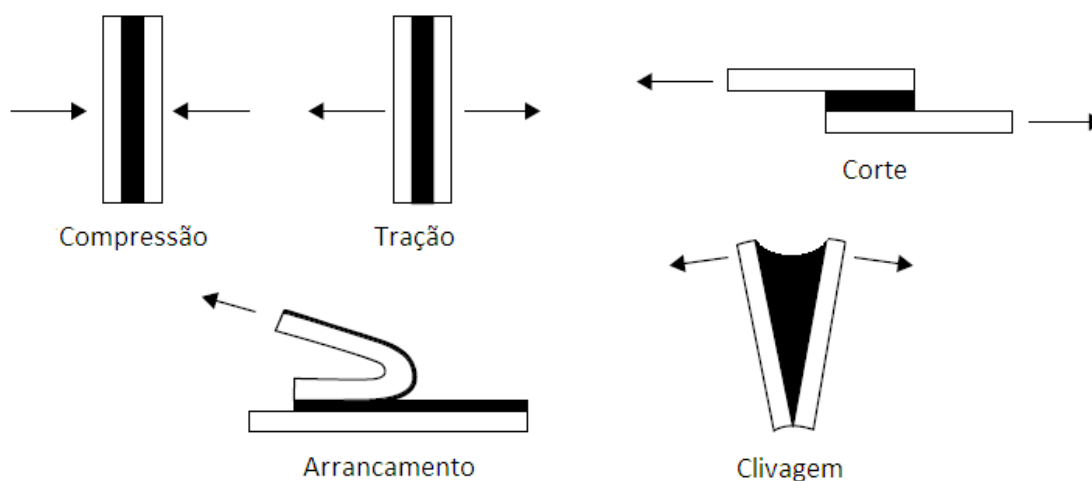


Figura 10 - Modos comuns de carregamento de uma junta (adaptado de [15])

2.1.3.1 Tração/compressão

As tensões de tração/compressão desenvolvem-se quando as forças atuam perpendicularmente ao plano de corte. Neste caso, a força é distribuída uniformemente ao longo de toda a área colada.

No entanto, juntas coladas submetidas a esforços de tração tendem a distribuir as tensões de forma não uniforme, porque aparecem picos de tensões de clivagem ou de arrancamento nas extremidades da zona de sobreposição, tal como se verifica na Figura 11 [15].

Nos esforços de compressão, as forças envolvidas tendem a comprimir um aderente contra o outro, resultando numa distribuição constante da tensão pelo adesivo. Uma junta em compressão pura praticamente não submete o adesivo a um trabalho útil, logo é quase desnecessária a sua utilização [15].

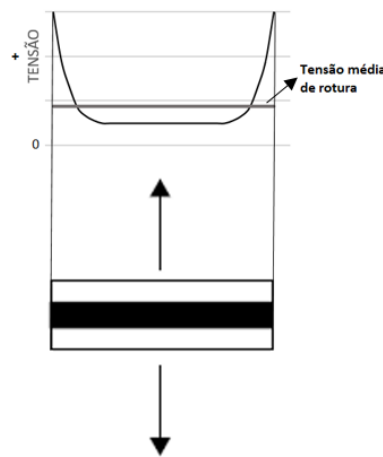


Figura 11 - Distribuição das tensões de tração (adaptado de [15])

2.1.3.2 Corte

As tensões de corte desenvolvem-se quando as forças atuam no plano do adesivo. A distribuição das tensões não é uniforme, colocando os extremos da junta sujeitos a um maior nível de tensões, em comparação com a região central da sobreposição, que pouco contribui para a sustentação da carga. Por esta razão, quando se pretende uma maior resistência da junta, aumenta-se a largura de sobreposição, já que o comprimento de sobreposição chegará a um ponto de saturação, representado na Figura 12 [15].

Tal acontece, devido às tensões máximas estarem situadas nas extremidades da junta (ver Figura 13), pelo que o aumento da largura beneficiará fortemente a resistência, enquanto o aumento do comprimento de sobreposição provocará um efeito mais acentuado de deformação diferencial dos aderentes [15]. Deste modo, em várias aplicações práticas reais bastará aplicar o adesivo nas extremidades da junta, visto ser essa zona de trabalho do mesmo.

O esforço de corte é o modo de carregamento preferencial para juntas adesivas [3].

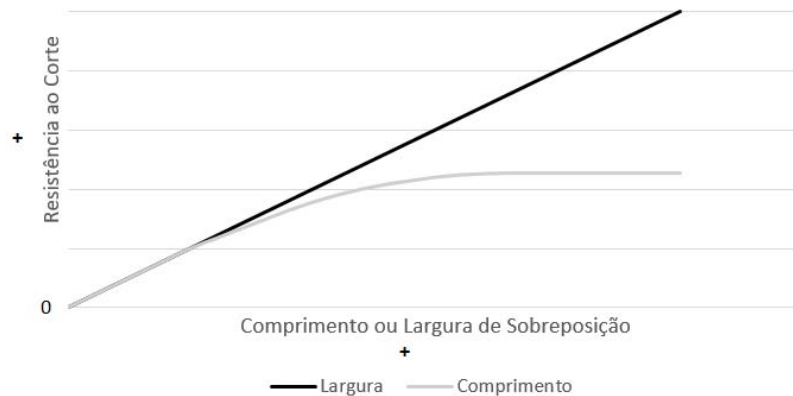


Figura 12 – Relação da resistência ao corte com o comprimento ou largura de sobreposição (adaptado de [3])

2.1.3.3 Clivagem

O esforço de clivagem é um dos mais severos para juntas coladas, por isso uma das formas de esforço indesejável num projeto de juntas adesivas.

A clivagem é um esforço trativo aplicado à extremidade de uma junta rígida, o que provoca uma grande concentração de tensões que tendem a separar os substratos [15].

2.1.3.4 Arrancamento

O esforço de arrancamento é muito idêntico ao de clivagem. No entanto, neste caso, um ou os dois aderentes são flexíveis e deformam-se plasticamente por ação das forças aplicadas. Esta deformação provoca um maior ângulo de separação que aumenta a tensão concentrada na extremidade da junta [15].

Tal como a clivagem, este esforço deve ser evitado ao máximo ao projetar uma junta adesiva.

A Figura 13 mostra a diferença entre a distribuição de tensões entre os modos de carregamento de corte e os de clivagem e arrancamento, que seguem o mesmo padrão de tensões.

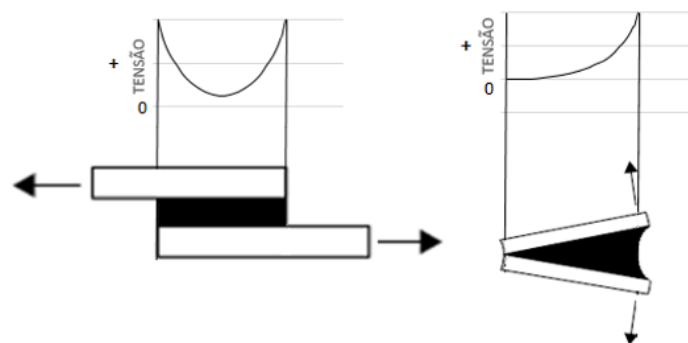


Figura 13 - Distribuição de tensões de corte (à esquerda) e de clivagem e arrancamento (à direita) (adaptado de [15])

2.1.4 Modos de rotura

Os esforços aplicados a juntas adesivas podem gerar diversos tipos de rotura. A norma ASTM D 5573 – 99 classifica os modos de rotura em juntas de plástico reforçado com fibras (FRP), prevendo como principais os seguintes:

- Rotura adesiva (na interface entre o aderente e o adesivo);
- Rotura coesiva (interior do adesivo ou do aderente);
- Rotura mista.

A caracterização do modo de rotura é importante para a compreensão de todas as propriedades do adesivo e da junta que está sob investigação.

O modo de rotura é diretamente influenciado pela qualidade e geometria da junta, e pelo modo de carregamento da aplicação.

2.1.4.1 Rotura adesiva

A rotura adesiva ocorre na interface entre o adesivo e um dos aderentes, ficando esse aderente sem resíduos de adesivo. O adesivo fica totalmente no outro aderente, indiciando falha na adesão provocada, possivelmente, por uma má preparação da superfície, como exemplificado na Figura 14 [4].

Por vezes, caracterizam-se roturas coesivas como adesivas por não se detetar uma fina película de adesivo que fica num dos aderentes que só é perceptível após uma verificação rigorosa da superfície do substrato.

Alguns trabalhos mostram que, em juntas de sobreposição simples, existe variação de tensões de corte e de arrancamento ao longo da espessura de filme e os valores máximos de esforço ocorrem junto da interface [16,17]. Este fenómeno pode explicar uma rotura adesiva.



Figura 14 - Rotura adesiva (adaptado de [15])

2.1.4.2 Rotura coesiva

A rotura coesiva surge quando a ligação entre o adesivo e o substrato é mais forte do que a resistência interna do próprio adesivo. Este modo de rotura pode, também, aparecer no substrato, ou seja, quando o aderente tem uma resistência inferior à

ligação, como exemplificado na Figura 15. Este caso desponta apenas em aderentes de resistência média/baixa [4].

É o modo de rotura preferencial, uma vez que se está a utilizar a totalidade da resistência dos materiais constituintes da junta e denota uma boa preparação da superfície dos aderentes.

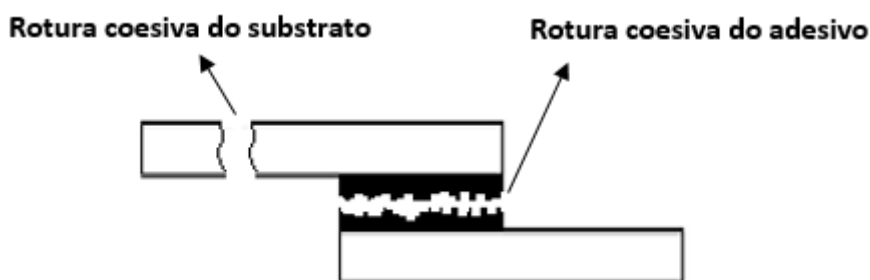


Figura 15 - Rotura coesiva (adaptado de [15])

2.1.4.3 Rotura mista

Tal como o nome indica, a rotura mista é a combinação entre dois tipos de falha: a adesiva e a coesiva.

A mesma verifica-se quando uma parte do aderente fica sem adesivo e a causa mais comum deve-se a uma limpeza ineficaz numa dada região de um dos aderentes a ligar, como é representado na Figura 16.

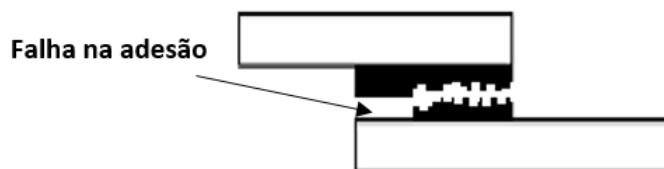


Figura 16 - Rotura mista (adaptado de [15])

2.1.5 Parâmetros que afetam o desempenho das juntas

São diversos os fatores que têm influência na resistência de uma junta adesiva, como por exemplo as características mecânicas dos aderentes e dos adesivos, a geometria da junta, o tratamento superficial e as condições ambientais. Entre estes, o tratamento superficial é essencial para garantir uma boa colagem [18, 19].

A Figura 17 resume os principais parâmetros que o engenheiro tem de estudar para garantir que a junta projetada não entrará em rotura precocemente.

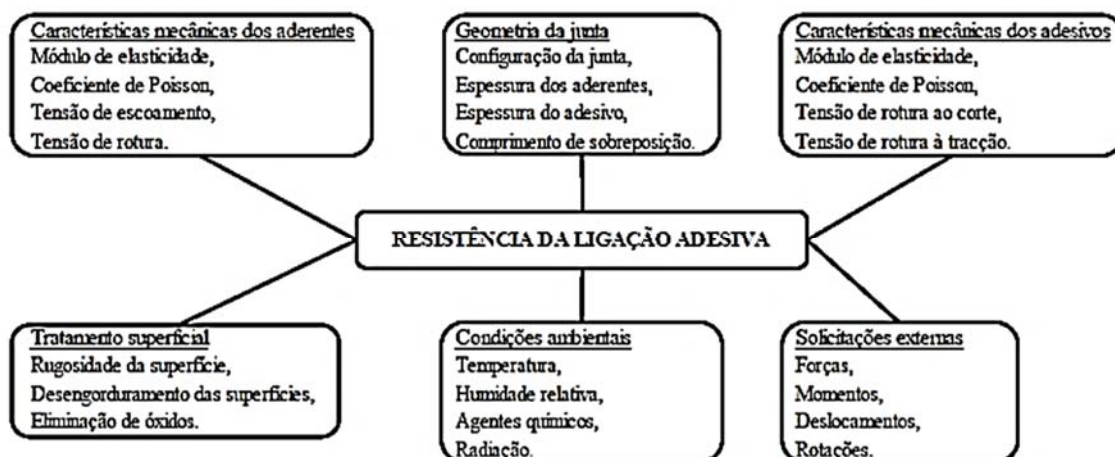


Figura 17 - Principais fatores que afetam a resistência de juntas adesivas [20]

2.1.6 Configurações possíveis de junta

As juntas adesivas podem ter inúmeras configurações, sendo as mais comuns a junta de sobreposição simples (JSS), a junta de sobreposição dupla (JSD), as juntas com chanfro e as juntas em degraus. Destas juntas, a mais estudada em termos experimentais e teóricos tem sido a JSS, devido à sua facilidade de fabricação. Contudo, este tipo de juntas apresenta um grave problema na análise de tensões, pois o carregamento não é colinear, introduzindo flexão nos substratos. É aqui que aparecem as juntas de sobreposição dupla, as juntas com chanfro e as juntas em degrau, diminuindo o arrancamento provocado (não intencional) pelas juntas de sobreposição simples. Infelizmente, algumas das alternativas às JSS são bastante morosas e dispendiosas na execução, sendo um entrave à sua prática.

De todos os tipos de juntas, as de topo a topo são as mais simples de fabricar, embora não apresentem uma eficácia elevada, devido à ocorrência de elevadas concentrações de tensões de arrancamento e de corte nas extremidades da ligação. Existem as chamadas juntas em tira ou cobre-junta. A junta com apenas uma tira está sujeita a esforços de arrancamento, devido à carga não colinear com a ligação adesiva. A articulação com duas tiras ou cobre-junta dupla reduz o momento-fletor, sendo por isso preferível. As juntas tubulares ou cilíndricas são utilizadas quando se pretende colar varões e tubos, sendo uma solução vantajosa relativamente às juntas topo a topo, pois consegue-se uma maior área resistente e uma diminuição do efeito de arrancamento. Por fim, a colagem de substratos finos a componentes espessos introduz geralmente forças de arrancamento (*peel*).

2.2 Adesivos estruturais

Existem inúmeras formas e critérios para classificar os adesivos: pela origem, pela sua forma física, pelo custo, método de reação, entre outros [4].

No entanto, ao utilizador, o critério que mais interessa é o seu desempenho e, nesse modo, existem duas classificações possíveis: adesivos estruturais e não estruturais.

Neste capítulo serão abordadas as características dos adesivos estruturais.

2.2.1 Caracterização dos adesivos estruturais

Os adesivos estruturais são desenvolvidos para formar ligações que suportam cargas elevadas por meio de juntas e formulados para melhorar os processos de fabricação e os produtos finais para uma variedade de montagens de compósitos, metais e plásticos [21].

As características mais diferenciadoras entre os dois tipos de adesivos estão relacionadas com o nível de esforço a que cada um pode ser submetido. Os adesivos estruturais apresentam as seguintes particularidades:

- Resistência ao corte superior a 6,9 MPa;
- Não sofrem fluência perante a ação de cargas significativas;
- Boa resistência aos meios ambientes mais comuns;
- Capacidade de suportar transmissão de esforços de grandeza considerável [4].

2.2.2 Tipos de adesivos estruturais

Os adesivos estruturais são polímeros termoendurecíveis, normalmente disponíveis em três composições químicas principais: adesivos acrílicos, epóxidos e poliuretanos [21]. Existem mais duas famílias constituintes deste tipo de adesivos: adesivos fenólicos e os de poliimida.

A Tabela 3 apresenta as propriedades de cada família de adesivos.

Tabela 3 - Propriedades dos adesivos estruturais [21, 22, 23]

	ACRÍLICO	EPÓXIDO	POLIURETANO	FENÓLICO	POLIIMIDA
FASE DE PRÉ APLICAÇÃO					
Componentes	2	2	1 ou 2	1 ou 2	1
Substrato	Metal	Metal preparado	Metal preparado	Metal	Metal
	Termoplástico	Borracha	Borracha	Termoplástico	Termoplástico
	Compósito	Compósito	Compósito	Termoendurecível	Termoendurecível
	Termoendurecível	Termoendurecível	Termoendurecível	Compósito	Compósito
			Termoplástico		

Estado Físico	Líquido a pastoso	Líquido a pastoso	Líquido a pastoso	Líquido a pastoso	Filme
				Filme	
PREPARAÇÃO DA SUPERFÍCIE					
Metal	Não	Sim	Sim	Sim	Não
Termoendurecível	Sim	Não	Não	Sim	Não
Termoplástico	Não	Não	Não	Sim	Não
FASE DE APLICAÇÃO					
Temperatura de Cura	Ambiente ou quente	Ambiente ou quente	Ambiente ou quente	-	-
Tempo de manuseio	2 a 60 min.	0,5 a 24 horas	2 a 12 horas	-	-
Tempo de trabalho	1 a 30 min.	5 a 180 min.	4 a 120 min.	-	-
Flash Point [°C]	>10 a 93	> 93	> 93	-	-
FASE DE PÓS APLICAÇÃO					
Temperatura de trabalho [°C]	-40 a 204	-40 a 204	-40 a 121	até 130	até 300
RESISTÊNCIA					
Corte [MPa]	10 a 40	10 a 46	8 a 15	15 a 35	10 a 15
Arrancamento	Média	Média/Boa	Média	Média	Boa
Fluência	Média/Má	Média/Boa	Boa	Boa	Má
Impacto	Boa	Boa	Boa	-	-

2.2.2.1 Adesivos acrílicos

A família dos adesivos acrílicos divide-se em três grupos: adesivos anaeróbicos os cianoacrilatos e os acrílicos modificados, também conhecidos por acrílicos reativos [24].

a) Anaeróbico

Denominados de anaeróbicos devido ao seu processo de cura iniciar a partir do momento em que o material entra em contacto com o oxigénio do ar ambiente, estes adesivos têm tido uma grande aplicação na fixação de rolamentos, peças estriadas e, na sua generalidade, na ligação de peças cilíndricas. A sua viscosidade facilita muito a dosagem manual e evita o escorrimento do produto, sendo que apresenta um odor forte antes da cura e é insensível a pequenas variações na proporção da mistura.

A sua resistência mecânica é bastante variável, idêntica à dos adesivos epóxicos mas a sua resistência à ação de agentes químicos é relativamente baixa [21, 23].

b) Cianoacrilato

Os adesivos de cianoacrilato são também denominados vulgarmente por supercolas ou cola-tudo. São adesivos instantâneos que se apresentam sob a forma de líquido monocomponente ou ainda na versão tixotrópica sem solventes, tendo uma cura rápida à temperatura ambiente. O processo de cura destes adesivos é influenciado pela humidade relativa e pH da superfície trabalhada e do meio ambiente inserido, como pela espessura da junta colada [24].

Este tipo de adesivos foi descoberto acidentalmente por Harry Coover, em 1942, durante uma experiência que visava a criação de um polímero transparente em plena Segunda Guerra Mundial [25].

c) Reativos

Os adesivos acrílicos reativos ou modificados surgiram da adição do polimetilmetacrilato e borracha de nitrilo à sua composição [4]. Apresentam elevada resistência à humidade, boa resistência a esforços de impacto e arrancamento. Têm baixa contração durante a cura e permitem ligações fortes mesmo quando as superfícies dos aderentes não estão bem limpas. Como desvantagens referem-se a baixa resistência mecânica a altas temperaturas e elevada flamabilidade.

2.2.2.2 Adesivos epóxicos

Os adesivos epóxicos têm tido uma utilização crescente na indústria de construção mecânica dada a sua versatilidade, aderindo bem a substratos, desde que os mesmos não apresentem baixa energia de superfície, como alguns polímeros e elastómeros. Possuem uma elevada resistência mecânica, à tração e ao corte, são de fácil aplicação, mas têm uma fraca resistência ao arrancamento, a não ser que sejam modificados com

um polímero mais tenaz [15, 26]. No entanto, no geral são muito rígidos e apresentam tempos de cura longos [27].

Estão disponíveis no mercado sob a forma de monocomponente, formulados pré catalisados e requerem apenas calor moderado para curar, ou bicomponente que cura à temperatura ambiente, podendo o processo ser acelerado pela ação de calor [28].

Contudo, torna-se incorreto definir adesivo como epóxico de uma maneira generalizada, como se todos estes adesivos tivessem propriedades idênticas. As propriedades dos adesivos epóxicos podem ser modificadas pela adição de outras resinas (poliamida, fenólico, entre outros) ou por um elastômero (poliuretano ou nitrilo) [4].

2.2.2.3 Adesivos poliuretanos

Os adesivos de poliuretano são comercializados em sistemas monocomponente ou bicomponente, com um nível de viscosidade menor em comparação aos adesivos epóxicos e acrílicos. Os adesivos de poliuretano são muito sensíveis à humidade que reage com o isocianato no sistema, logo o cuidado deve ser acrescido na preparação dos substratos e no meio ambiente em que é feita a aplicação [21].

Após a cura, este adesivo apresenta boa flexibilidade, bom comportamento a baixas temperaturas, boa resistência a esforços de arrancamento, a choques e vibrações à abrasão, e também boa tenacidade. Estes adesivos podem apresentar uma resistência de rotura ao corte da ordem dos 20 MPa, possibilitando a utilização em aplicações estruturais [4]. Como desvantagem, em superfícies metálicas necessitam de uma boa preparação da superfície.

2.2.2.4 Adesivos fenólicos

Foram os primeiros adesivos estruturais a serem desenvolvidos para os materiais metálicos. Durante o processo de cura, que deve realizar-se a altas temperaturas, ocorre libertação de água. Por este motivo, os substratos devem ser porosos ou deve-se impor uma elevada pressão para evitar o aparecimento de vazios na zona da colagem. Das vantagens destacam-se a boa resistência mecânica, a boa resistência a temperaturas elevadas e aos agentes ambientais. A baixa resistência à corrosão por solventes, baixa resistência ao impacto e também a grande fragilidade aparecem como limitações. De modo a atenuar estas limitações têm-se desenvolvido adesivos que combinam a resina fenólica com uma resina vinílica, com nitrilo ou ainda policloropreno [4].

2.2.2.5 Adesivos poliimida

Os adesivos de poliimida são comercializados maioritariamente sob a forma de filme, para aplicações que requerem altas temperaturas (superiores a 180°C), tais como reparações ou isolamento elétrico em motores, como exemplificado na Figura 18.

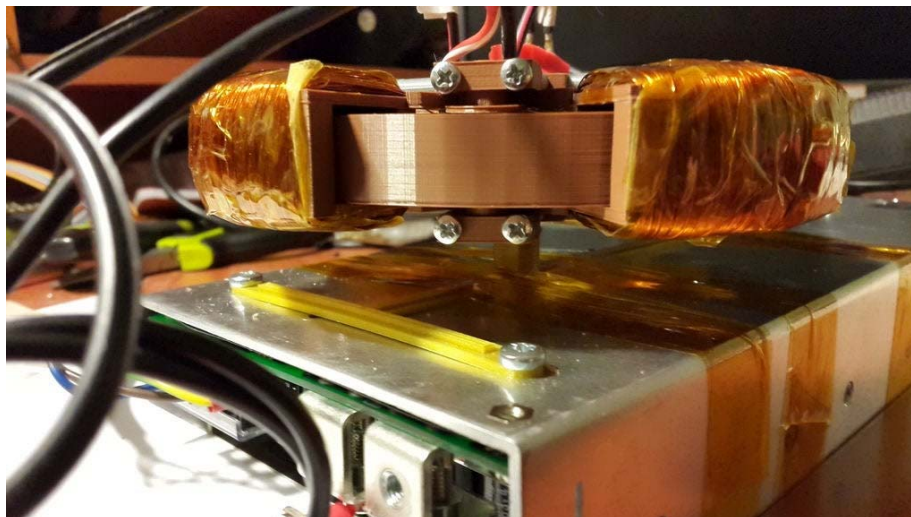


Figura 18 - Utilização de filme adesivo de poliimida no isolamento de bobinas de motores [29]

No entanto, em termos de resistência mecânica não são adesivos robustos, já que apresentam fraca resistência a vibrações, são frágeis e pouco tenazes [4].

2.3 Determinação das propriedades de adesivos

A caracterização dos adesivos consiste em determinar os valores das propriedades físico-químicas dos mesmos. Para a caracterização física, a abordada neste trabalho, são necessários ensaios mecânicos que submetem o adesivo, ou juntas adesivas, a esforços que simulam uma aplicação real e são medidas as propriedades necessárias para calcular os valores representativos da resistência que o produto pode oferecer.

2.3.1 Caracterização das propriedades mecânicas à tração

Neste subcapítulo serão abordados os tipos de ensaio que permitem caracterizar o adesivo quanto às suas propriedades mecânicas à tração.

2.3.1.1 Tipos de ensaio

O ensaio de tração é um dos ensaios mais universais, pela facilidade de execução e reprodutibilidade dos resultados. Emprega-se muito na investigação, como meio de

quantificar propriedades mecânicas para seleção de materiais e projeto, e no processo industrial como meio de controle de qualidade [30].

O ensaio consiste em solicitar um provete de geometria adequada com uma força trativa uniaxial, continuamente crescente, efetuando-se em simultâneo o registo da força e do alongamento sofrido por um troço de referência do provete por meio de instrumentação apropriada. A apresentação do resultado do ensaio faz-se através de um gráfico de tensão *versus* extensão [30].

Para ensaios de adesivos são feitos, normalmente, dois tipos de ensaios de tração: em provetes maciços e em juntas topo a topo.

2.3.1.2 Ensaio de tração em juntas topo a topo

Nesta prova, os provetes são colados no seu topo, como ilustrado pela Figura 19, e solicitados até que rompa a ligação.

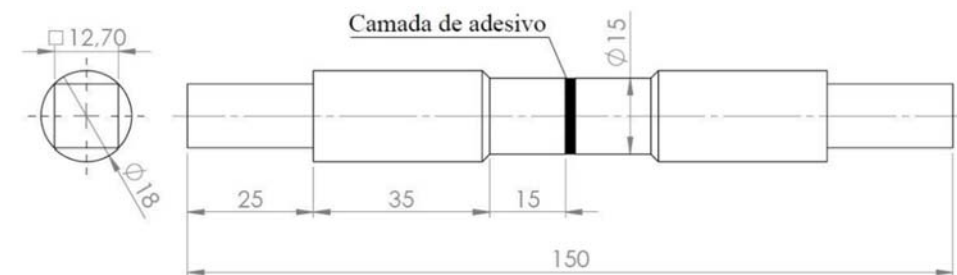


Figura 19 – Provette de ensaio em ligação topo a topo [31]

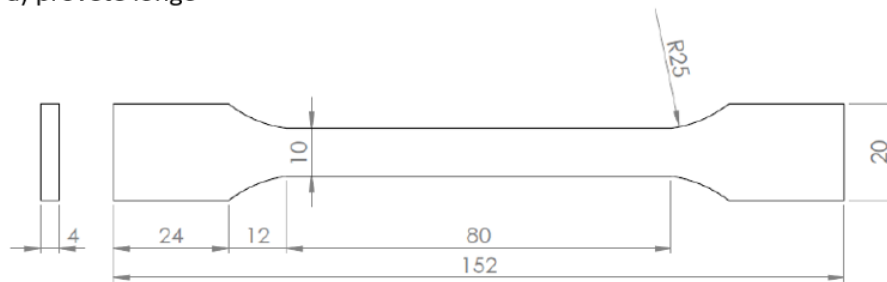
Apesar da simplicidade e baixo custo, esta experiência obriga à utilização de gabarits de posicionamento para evitar o desalinhamento dos provetes que diminui drasticamente a resistência da junta. Isto resulta da distribuição não uniforme das tensões nas juntas topo a topo devido ao efeito de Poisson, à constricção provocada na camada de adesivo pelos substratos quando existe uma diferença sensível de rigidez entre eles ou ainda por desalinhamento [3].

Este ensaio é utilizado para obter o módulo de elasticidade e de rigidez do adesivo e o coeficiente de Poisson [32].

2.3.1.3 Ensaio de tração em provetes maciços (bulk)

O ensaio de tração em provetes maciços consiste na aplicação de uma força longitudinal no provete em forma de “osso de cão”, de dimensões normalizadas, até à sua rotura. Pela norma EN-ISO 527-2, o provete pode ter dois tipos de dimensões, exemplificados na Figura 20: longo – para testar adesivos mais rígidos; ou reduzido – para testar adesivos menos rígidos [3].

a) provete longo



b) provete reduzido

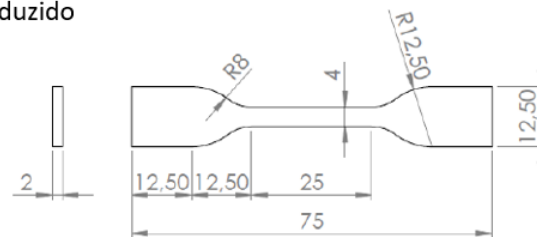


Figura 20 - Provetes de acordo com a norma ISO 572-2 [31]

Este tipo de ensaio é utilizado para determinar as seguintes propriedades do adesivo ou mistura: a tensão de rotura, a tensão de cedência, o módulo de elasticidade longitudinal e o coeficiente de Poisson [32].

A maior dificuldade neste tipo de ensaio é obter um provete isento de porosidades ou vazios durante o fabrico dos mesmos. Estes tipos de defeitos estão relacionados com a entrada de ar entre o filme de adesivo e a base do molde. Durante o processo de cura, estas bolhas vão progredir como se demonstra na Figura 21 [33].

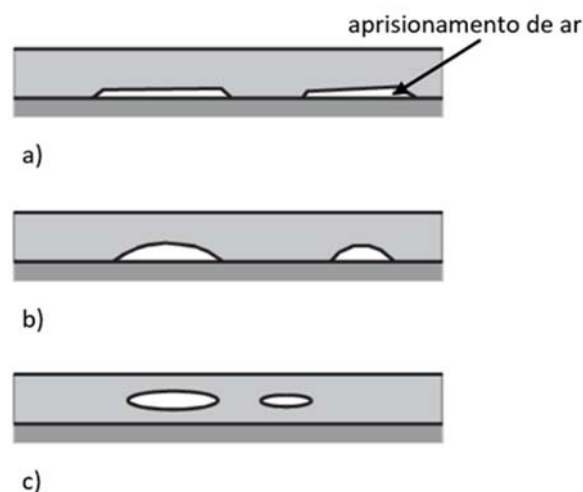


Figura 21 - Aprisionamento de ar na película adesiva - a) fase inicial; b) deslocamento inicial; c) deslocamento completo (adaptado de [33])

De modo a diminuir os defeitos descritos anteriormente e conhecidos por “bolhas de ar” existem algumas técnicas como a “técnica de libertação de vácuo”, em que a

temperatura é elevada até um ponto em que o adesivo se torna mais fluído, e as bolhas fluem para fora da sobreposição, ou ainda a “técnica de aplicação de pressão hidrostática” para promover a expulsão das “bolhas de ar” das cavidades do molde [33].

Existem duas formas diferentes para fabricar os provetes *bulk*: através da injeção do adesivo num molde ou por pressão entre pratos. O método por injeção é utilizado em adesivos que apresentam uma forma física líquida. Quando o adesivo é demasiado viscoso, a injeção do mesmo torna-se difícil ou até impossível, pelo que se opta pela pressão entre pratos [33].

Existem duas técnicas para obter provetes por injeção: através da injeção em molde fechado ou em molde aberto. Enquanto na técnica de molde fechado a aplicação do adesivo é feita por intermédio de uma pistola, no molde aberto a injeção é feita manualmente e, após esta estar terminada, o molde é fechado.

O molde utilizado para o processo de injeção é geralmente metálico e constituído por três partes distintas: a placa inferior que suporta o conjunto, a placa intermédia que garante a geometria e a espessura dos provetes e a placa superior que é responsável pelo fecho e fixação do molde. A Figura 22 ilustra um molde utilizado para o efeito.

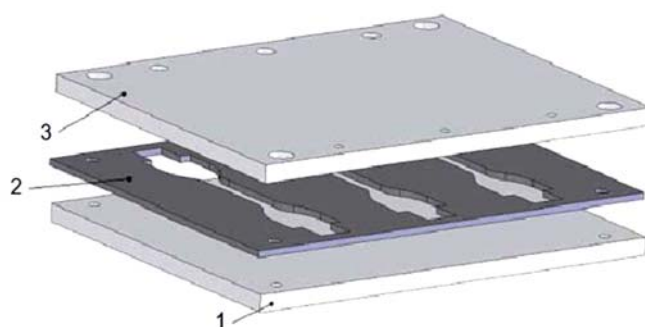


Figura 22 - Molde utilizado no fabrico de provetes *bulk*: 1) placa inferior; 2) placa intermédia e 3) placa superior [34]

O fabrico de provetes por pressão entre pratos gere-se pela norma NF T 76-142. Segundo este padrão francês, para obter provetes é recomendada a utilização de um molde metálico, composto por duas partes, circundado por uma moldura de silicone, que serve para separar as partes e estabelecer a espessura do adesivo, conforme mostra a Figura 23. Após a colocação do adesivo, o mesmo é altamente pressionado com uma tensão de 2 MPa, até efetuar a cura [35].

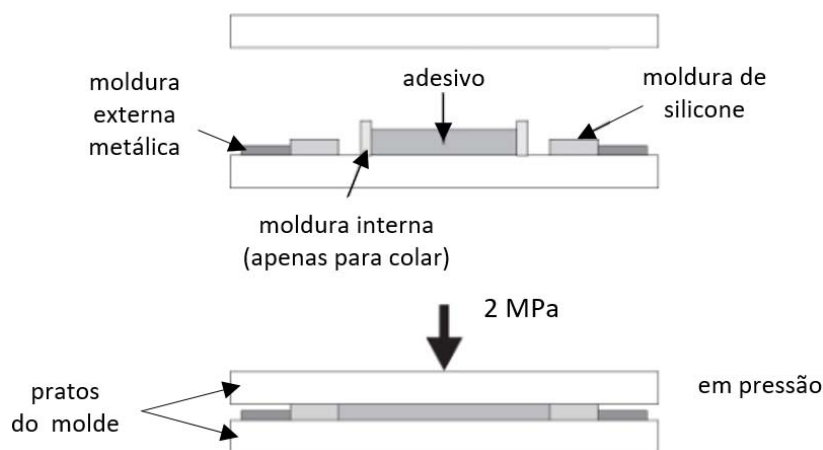


Figura 23 – Fabrico de provetes de acordo com a norma NF T 76-142 (adaptado de [35])

Após a cura do adesivo em moldação fechada obtém-se uma placa retangular maciça que posteriormente deve ser maquinada de forma a obter o provete com as medidas da Figura 20.

Independentemente do método, a aplicação de um desmoldante em todas as superfícies é fundamental, de modo a facilitar a remoção dos provetes do molde, sem que ocorra adesão ou rotura [35].

2.3.1.4 Procedimento de ensaio

Um ensaio mecânico com adesivos ou qualquer outro material deve respeitar a norma correspondente ao tipo de ensaio a efetuar. Esta define todas as condições necessárias para obter o sucesso do mesmo: o procedimento a seguir, a geometria dos provetes, a preparação das amostras, as velocidades de ensaio, o tipo de tratamento superficial (quando aplicável), entre outras características. Diversas normas são apresentadas para a caracterização de um adesivo à tração, tais como a ASTM D897 e a EN ISO 527-2 [4].

A temperatura e a humidade relativa têm forte influência no resultado e nas características mecânicas dos provetes. Este fator torna-se mais relevante nos adesivos cuja temperatura de transição vítrea esteja próxima da temperatura a que o ensaio é realizado. Assim, os ensaios devem ser realizados em condições de temperatura e humidade relativa controladas e típicas de laboratórios, a 25°C e com 50 % respetivamente [14].

Utiliza-se uma máquina universal de ensaios mecânicos (Figura 24-a), devendo-se garantir que os provetes são presos através de amarras (devidamente apertadas, assegurando o não escorregamento) e também evitar o seu desalinhamento (Figura 24-b). Além da fixação, as amarras também têm a função de garantir que a rotura ocorra na zona de área constante do provete [31]. O correto alinhamento é importante pois evita a rotação das amarras e por consequência esforços transversais e de flexão que diminuem a resistência mecânica do provete.

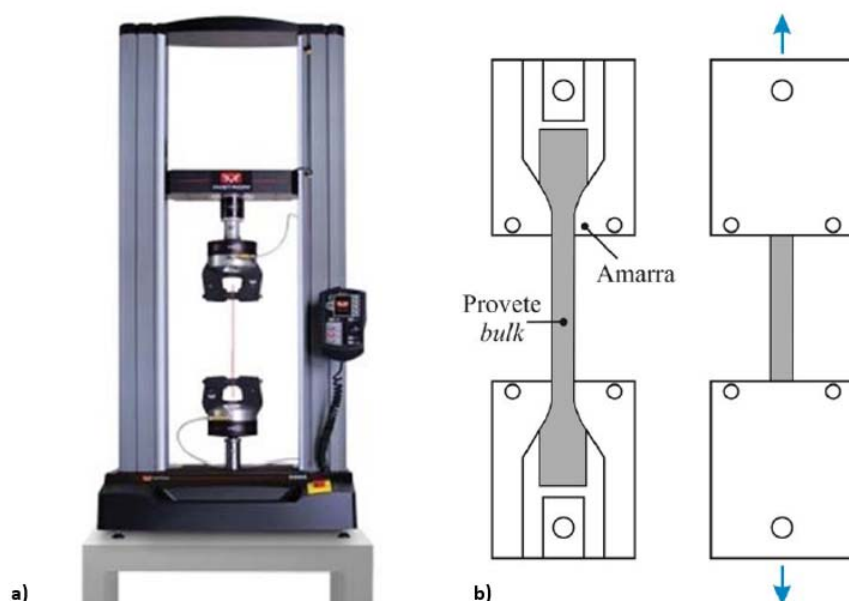


Figura 24 - a) Máquina de ensaios mecânicos Instron® 5960; b) amarras para provetes *bulk* (adaptado de [31])

Para obter medições corretas são necessários equipamentos de medição extremamente precisos, nomeadamente a célula de carga da máquina de ensaios, responsável pela medição da força aplicada a cada instante de tempo. Assim, para uma maior precisão de resultados, recomenda-se que a carga máxima da célula de carga seja superior em apenas uma ordem de grandeza relativamente à força de rotura registada [15].

De forma a avaliar as deformações longitudinais é recomendado o uso de um extensómetro, especialmente para adesivos dúcteis e flexíveis [14]. Este equipamento destina-se à medição de pequenas variações de comprimento no decurso do ensaio de tração. À medida que o provete se alonga, o comprimento de base do extensómetro é incrementado, enviando para a placa de aquisição de dados o valor registado entre os braços em cada momento do ensaio [37].

Quanto mais dúctil e flexível for o adesivo, mais relevante será a utilização de um extensómetro, dado que o deslocamento no regime elástico será superior, o que compromete a medição do módulo de elasticidade. Existem dois tipos de extensómetros capazes de medir o deslocamento no regime elástico: os mecânicos e os óticos, exemplificados na Figura 25.

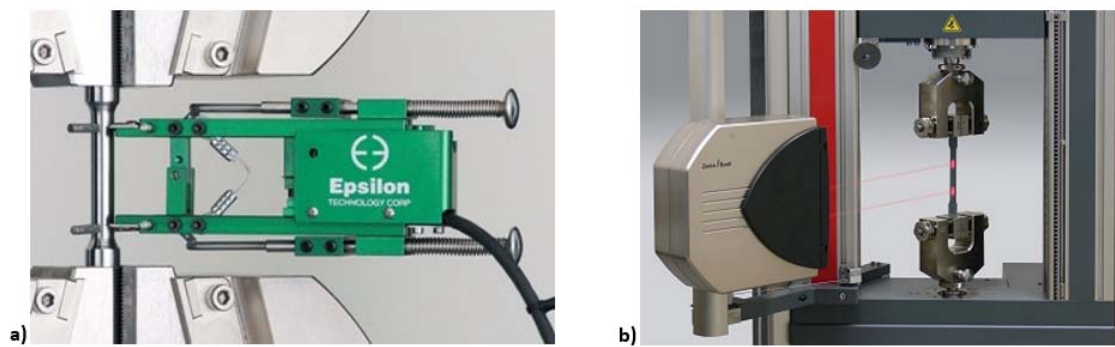


Figura 25 - Extensómetro - a) mecânico; b) ótico [40]

Os extensómetros de medição ótica são preferenciais uma vez que, como não existe contacto com o provete, estes não afetam as propriedades medidas do adesivo devido à colocação do aparelho. Outro benefício da utilização de um extensómetro ótico é a possibilidade de realizar medições até à rotura do provete, contrariamente ao que acontece com o uso do extensómetro mecânico. Devido ao curso limitado do extensómetro mecânico, é necessário interromper o ensaio para a sua remoção do provete antes que ocorra a rotura [15, 39]. Esta pausa, normalmente, provoca um relaxamento no provete que provoca um pequeno degrau na curva σ - ϵ , explicada a seguir.

Por fim, procede-se à determinação das propriedades mecânicas baseadas na curva tensão-deformação (σ - ϵ), exemplificada na Figura 26, fornecida pela máquina de ensaios: tensão de limite elástico (σ_y), tensão de rotura à tração (σ_r) e a deformação à tração (ϵ_r). Existem métodos diferentes para a obtenção do módulo de elasticidade (E), um dos quais está descrito na norma EN ISO 527-2. Por este método, calcula-se E no intervalo de 0,05% e 0,25% de ϵ dentro do regime elástico, selecionando dois pontos na curva obtida. A interceção das deformações na curva do gráfico corresponde a dois valores de σ , que serão também utilizados no cálculo de E (em MPa), baseando-se na seguinte equação:

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (2.1)$$

onde $\Delta\sigma$ (em MPa) representa a diferença da tensão e $\Delta\epsilon$ representa a variação da deformação entre os pontos indicados pela norma EN ISO 527-2.

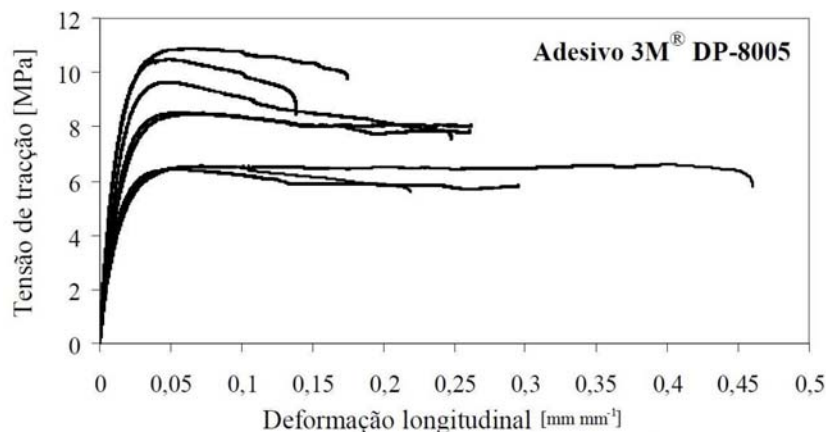


Figura 26 - Curvas σ - ϵ obtidas no ensaio de tração do adesivo 3M® DP-8005 [4]

Outro método consiste em ajustar uma reta tangente à zona elástica do adesivo, iniciada na origem da curva σ - ϵ , como demonstrado na Figura 27 [35]. Nos adesivos, o cálculo para a obtenção de σ_y não é tão linear, uma vez que os polímeros se caracterizam por não apresentar patamares de cedência na transição elasto-plástica. No caso de adesivos rígidos como os epóxicos, com módulos de elasticidade entre 3 e 5 GPa, deve-se considerar que σ_y é aproximadamente igual a σ_r . Quando se está perante adesivos flexíveis, com módulo de elasticidade longitudinal próximo dos 0,1 GPa, deve-se interseccionar uma reta tangente à zona elástica do adesivo como uma reta tangente à zona plástica do mesmo, como exemplificado na Figura 27 [14, 35].

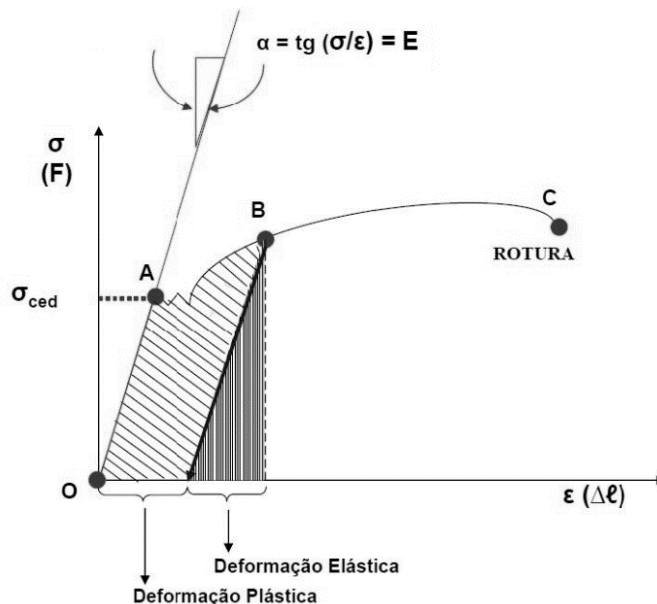


Figura 27 - Variáveis envolvidas no diagrama σ - ϵ [37]

Por fim, existe ainda uma metodologia em que se determina o valor da “tensão limite de proporcionalidade n ” considerando um número n correspondente a uma deformação escolhida arbitrariamente e, traçando uma reta paralela à reta de

proporcionalidade entre σ e ε , obtém-se o valor de “tensão limite de proporcionalidade n”. É usual utilizar-se o valor de 0,2% correspondente a uma deformação plástica de 0,002 por unidade de comprimento, como demonstrado pela Figura 28 [31, 35, 40].

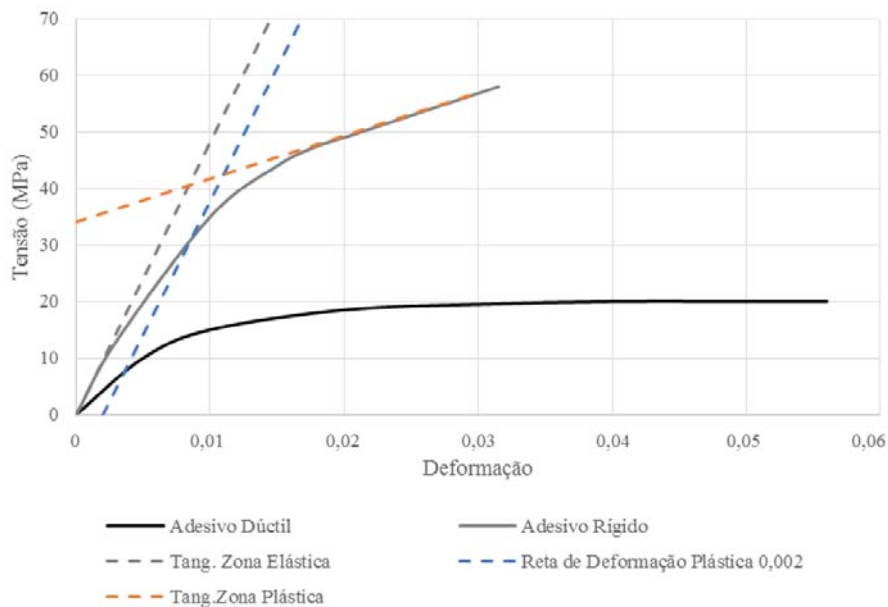


Figura 28 - Métodos para determinação da σ_y [31]

2.3.2 Caracterização das propriedades mecânicas ao corte

Neste subcapítulo serão abordados os tipos de ensaio que permitem caracterizar o adesivo quanto às suas propriedades mecânicas ao corte.

2.3.2.1 Tipos de ensaio

O esforço de corte é a solicitação principal para a qual as juntas adesivas são projetadas, pelo que o estudo do comportamento dos adesivos a este tipo de esforço é fundamental. Dentro da caracterização das propriedades ao corte podem ser realizados ensaios com o adesivo em estado maciço ou numa camada fina em juntas adesivas. Existem assim alguns ensaios diferentes para determinar as propriedades ao corte de ligações adesivas, cada um com o objetivo de tentar produzir um estado puro de tensões de corte na junta adesiva [3, 14, 15]:

- Ensaio Iosipescu (*V-Notched beam shear method*);
- Ensaio Arcan (*Notched plate shear method*);
- Ensaio de torção em juntas topo a topo (*Napkin-ring test*);
- Ensaio TAST (*Thick Adherend Shear Test*);
- Ensaio em junta de sobreposição simples (JSS).

2.3.2.2 Ensaio Iosipescu

O ensaio Iosipescu (ou *V-notched beam test*), normalizado pela ASTM D5379, foi inicialmente proposto para teste de metais e juntas soldadas em condições de carregamento de corte puro, embora tenha sido recentemente usado para caracterização de materiais compósitos [35].

Este método também pode ser aplicado em adesivos no estado maciço ou em juntas e o teste é feito com provetes como os ilustrados na Figura 29. Em ambas as configurações adesivas existem dois entalhes simétricos no centro do provete. A secção central do provete está sujeita a um esforço de corte, uma vez que os momentos fletores provenientes dos dois lados se anulam. Nesta zona devem ser colocados extensómetros a 45° e a -45° com o eixo do provete para medir as respectivas deformações. O provete é carregado à compressão em quatro pontos diferentes, como demonstrado na Figura 29-c. Este ensaio oferece vantagens como a facilidade de fabrico dos provetes e a possibilidade de obtenção do módulo de corte e da resistência ao corte. A tensão ao corte, τ , é dado por [3]:

$$\tau = \frac{P}{t * h} \quad (2.2)$$

onde t representa a espessura do provete e h a distância entre extremidades dos dois entalhes. O módulo de corte, G , é calculado por:

$$G = \frac{P}{t * h * (\varepsilon_{45} - \varepsilon_{-45})} \quad (2.3)$$

onde ε_{45} e ε_{-45} correspondem à deformação determinada pelos extensómetros a 45° e -45°, respetivamente.

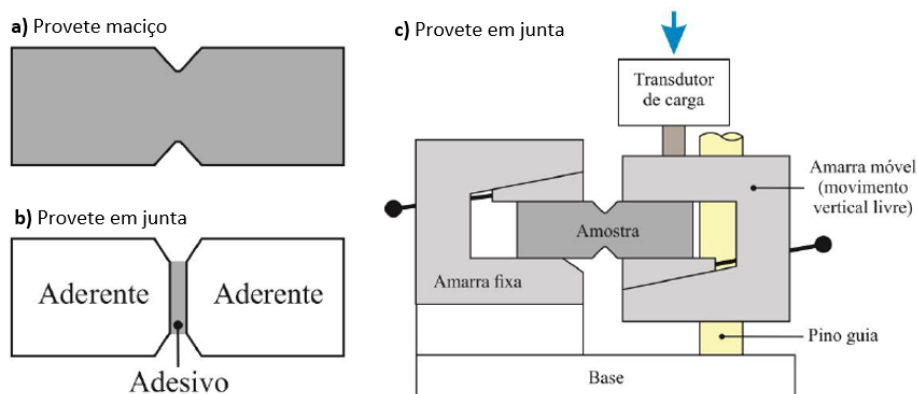


Figura 29 - Provetes Iosipescu: a) Maciço; b) em junta; c) Layout de ensaio tipo Wyoming (adaptado de [35])

2.3.2.3 Ensaio Arcan

O ensaio Arcan, globalmente conhecido por *notched plate shear method*, é usado para pequenas espessuras utilizando provetes com uma configuração muito próxima à de

uma borboleta. Os dois entalhes simétricos fazem um ângulo de 90° e raio de concordância no entalhe de 1,5 mm para minimizar a concentração de tensões. Para a realização deste ensaio o equipamento pode ser montado numa máquina de tração e a aplicação da força é realizada nas duas extremidades do provete por intermédio de pinos, afastando cada metade do provete em sentidos opostos e aplicando uma solicitação próxima do corte puro na secção entre entalhes, como mostra a Figura 30 [4].

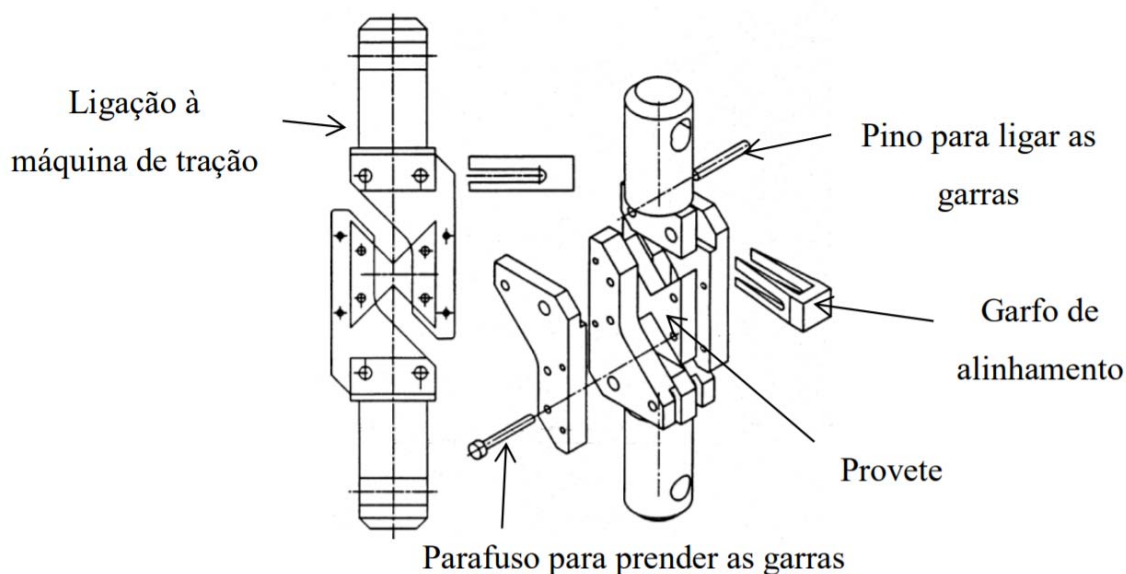


Figura 30 - Provete e respectivas fixações para o ensaio *Arcan* (adaptado de [35])

Quando comparado com o ensaio Iosipescu, o Arcan possui melhores características pois apresenta bom desempenho em todos os tipos de adesivos, incluindo os mais dúcteis [4]. Em contrapartida, é necessária uma precisão dimensional alta porque as deformações muitas vezes não ultrapassam 1 % e podem surgir erros que inviabilizam a medição precisa das propriedades mecânicas [14].

2.3.2.4 Ensaio de torção em juntas topo a topo

O ensaio de torção de uma haste circular é mecanicamente um dos métodos mais precisos para caracterizar as propriedades de corte do adesivo, especialmente a baixas deformações [41]. O ensaio mais comum deste método denomina-se por *napkin-ring test*. É realizado em juntas topo a topo entre dois cilindros de paredes finas com o objetivo de reduzir a variação das tensões de corte ao longo do adesivo, como exemplificado na Figura 31 [3].

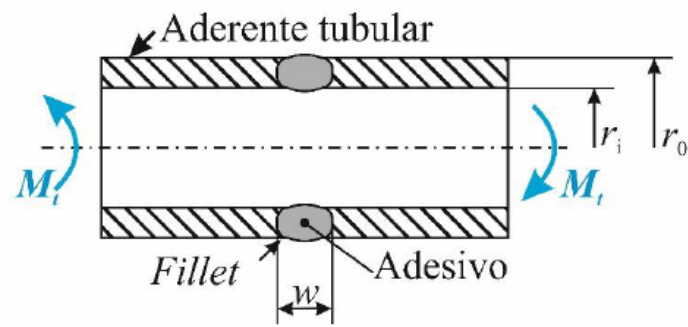


Figura 31 - Geometria e ensaio do provete *napkin-ring test* [42]

A determinação de propriedades de corte pela aplicação de um momento torsor ao adesivo ou junta adesiva não é muito comum, porque exige máquinas mais complexas que não se encontram em laboratórios de ensaios comuns.

Para que se obtenha um estado de tensão de corte puro, neste ensaio, é necessário que os dois cilindros estejam perfeitamente alinhados. A maior dificuldade nos ensaios de adesivos de baixa espessura é a medição dos pequenos deslocamentos que terá de ser efetuada com elevada precisão [36].

2.3.2.5 Ensaio TAST

O ensaio TAST, do acrónimo *thick adherend shear test*, é dos ensaios mais populares para caracterizar o adesivo ao corte. Este ensaio é realizado numa máquina universal de ensaios mecânicos e o provete apresenta as dimensões da Figura 32, quando realizado sob a norma ISO 11003-2. Os substratos são de aço carbono devido à sua elevada rigidez, contribuindo assim para um estado de tensão no adesivo praticamente de corte puro [4]. Para contribuir para esta condição, a geometria do provete é essencial, pois quanto menor for o comprimento da ligação e maior a espessura dos substratos, menor é a probabilidade de arrancamento nas extremidades da junta [4].

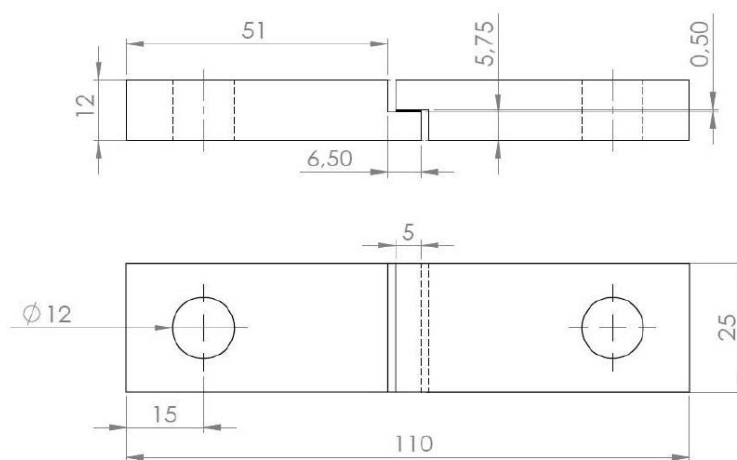


Figura 32 - Provete TAST (dimensões em mm) segundo a norma ISO 11003-2 [42]

A deformação da junta adesiva pode ser medida com um extensómetro baseado num LVDT (*Linear Variable Differential Transformers*) com parte móvel dentro de uma moldura rígida, unido por molas ou então através de um sistema ótico. A determinação da deformação de corte real do adesivo requer correções analíticas das deformações medidas pelo extensómetro, tendo em conta as deformações do substrato. Um destes métodos baseia-se na teoria da elasticidade para descontar as deformações de corte dos substratos. A extensometria ótica baseada na correlação de imagem é uma solução que permite evitar danos de contacto e pode ser utilizada até à rotura da junta [43]. O deslocamento relativo dos aderentes é medido usando um transdutor situado na zona central das amostras. A força e o deslocamento são medidos a partir do início da implementação da carga até à rotura da ligação. As tensões de corte são calculadas a partir de dimensões da zona colada [43].

O ensaio TAST é feito para caraterizar as seguintes propriedades do adesivo [44]:

- a tensão de corte em função da curva de tensão de corte até a rotura do adesivo (τ_r);
- o módulo de corte do adesivo (G);
- outras propriedades podem ser obtidas a partir da curva de τ - γ , tal como o módulo secante e a deformação de máxima de corte (γ_r).

No caso de um material ser isotrópico, poderá ser feita ainda uma relação entre as propriedades obtidas à tração em provetes *bulk* com as propriedades obtidas ao corte pelo ensaio TAST. Assim, a relação entre E e G é dada por [14]:

$$G = \frac{E}{2 * (1 + \nu)} \quad (2.4)$$

onde ν é o coeficiente de Poisson do adesivo. Se as propriedades E e G forem determinadas através dos dois ensaios referidos anteriormente, os valores de ν para a maior parte dos adesivos existentes estão no intervalo de valores entre 0,3 e 0,5 [14].

As grandes vantagens deste método são a simplicidade e o baixo custo do ensaio, até pela possibilidade de reutilização dos substratos, a uniformidade do estado de tensões ao longo da junta adesiva e a possibilidade da determinação do módulo de corte e da tensão de corte com a adequabilidade para ensaios em diferentes condições ambientais [22, 45].

2.3.2.5.1 Procedimento de ensaio

O ensaio TAST está regularizado pelas normas ISO 11003-2 e ASTM D695, que descrevem os procedimentos necessários para obter uma boa caraterização das propriedades ao corte do adesivo.

Tal como noutro tipo de ensaios anteriormente explicados, um dos pontos cruciais é isentar o provete de esforços indesejados e, para o efeito, são utilizadas ferramentas

de fixação como amarras, desde que sejam adaptáveis a uma máquina de ensaios, como a exemplificada na Figura 33.

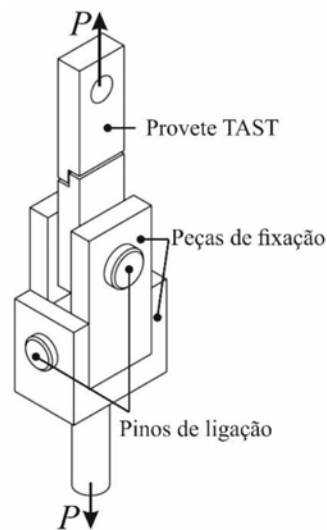


Figura 33 - Fixação para o ensaio TAST [42]

São necessárias peças de fixação com medidas rigorosas adaptáveis ao provete TAST e pinos de ligação de modo a acoplar o conjunto. Este tipo de fixação tem como objetivo eliminar, teoricamente, os momentos fletores induzidos no provete.

O ensaio TAST consiste em solicitar o provete com uma força trativa uniaxial, na direção longitudinal do mesmo, continuamente crescente até à rotura da junta adesiva. Posteriormente, obtém-se através do *software* da máquina a curva τ - γ , idêntica à representada na Figura 35, que enfatiza a importância dos esforços serem puramente de corte. Uma das técnicas para aumentar a fiabilidade do ensaio prende-se com a utilização de lâminas de aço para restringir a zona de ação do adesivo, como ilustrado na Figura 34-a. A Figura 34-b mostra um exemplo de um provete que quando for solicitado no ensaio TAST, terá esforços de tração nas paredes laterais interiores do provete já que o adesivo se propagou para uma zona indesejada.

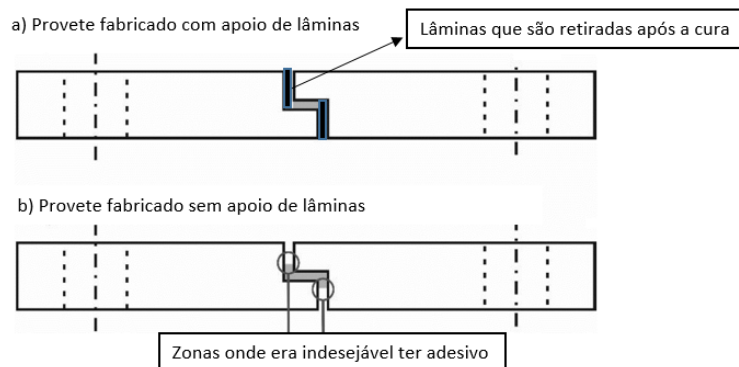


Figura 34 - Técnica de fabrico do provete (adaptado de [42])

A velocidade de ensaio normalizada pela ISO 11003-2 é de $0,5 \text{ mm min}^{-1}$. Porém, a taxa de deslocamento das amarras constante irá incutir uma aceleração da taxa de deformação, o que poderá influenciar as propriedades do adesivo. Esta característica é comum aos ensaios que utilizam juntas adesivas como provete, ao contrário do que se verifica em ensaios de provetes maciços, onde a taxa de deformação é mais constante para uma dada taxa de deslocamento das amarras [35]. De forma a se obter uma velocidade de deformação constante no adesivo, a velocidade das amarras pode eventualmente ser controlada com recurso a medições do deslocamento do adesivo [14].

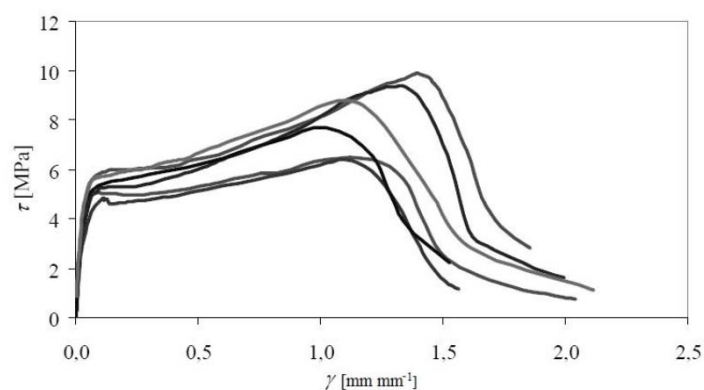


Figura 35 - Curvas τ - γ de provetes TAST com adesivo 3M-DP 8005® por extensometria resistiva [4]

Admitindo que os aderentes possuem grande rigidez, a junta adesiva sofre uma deformação de tal forma reduzida que são necessárias correções analíticas, a fim de poder determinar a deformação de corte real do adesivo. Assim é importante o uso de um extensómetro para a obtenção dos valores do deslocamento longitudinal do provete [3, 7]. Como referido anteriormente, o ensaio pode ser caracterizado pela extensometria baseada em LVDT, com parte móvel dentro de uma moldura rígida unida por molas. O provete deverá ter três furos na zona central para o posicionamento do transdutor, como ilustra a Figura 36 [3, 4]. O movimento relativo realizado é função do deslocamento entre os dois pinos colocados nos furos de carregamento de cada substrato.

Este método obriga a correções posteriores dos dados para a determinação das deformações. Uma maneira de superar este problema consiste em utilizar um método de medição que avalie apenas a deformação do adesivo e que simultaneamente seja de fácil colocação. A utilização de extensometria ótica baseada na correlação de imagem é uma boa solução para ultrapassar os problemas referidos [4].

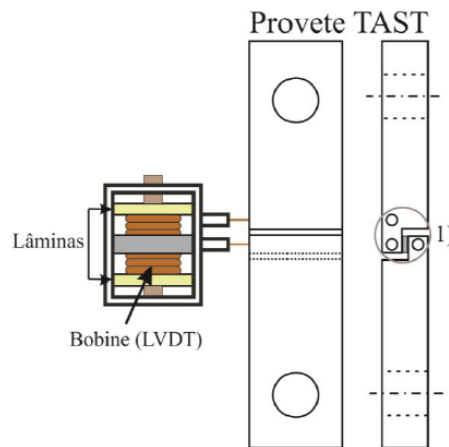


Figura 36 - Extensômetro com bobine LVDT [42]

No caso de existirem desalinhamentos dos substratos, estes introduzem deformações provenientes da flexão dos aderentes, o que provoca erros grosseiros nas medições. Desta forma, é aconselhável a utilização de dois extensómetros, ligados em faces opostas do provete. Neste caso, qualquer flexão da amostra será evidente a partir das leituras de deslocamentos divergentes. Segundo a norma ISO 11003-2, a correção deve ser efetuada considerando a deformação de corte num provete compensador, constituído apenas pelo material do aderente. Estudos já realizados demonstram que a distribuição da tensão de corte no provete não é uniforme. Assim sendo, a correção por este processo não é totalmente fiável [14]. Segundo um estudo de Vaughn a correção pode ser conseguida assumindo que os substratos apenas apresentam corte puro [46]. Um extensómetro resistivo atravessará a espessura do provete e, por sua vez, a zona de ligação. Assim, pode-se isolar o deslocamento do adesivo no ensaio TAST ($d_{adesivo}$). Nestas condições, de acordo com a Figura 37, verifica-se que [3, 35]:

$$d_{adesivo} = d_{transdutor} - 2 * d_{substrato} \quad (2.5)$$

e

$$2 * d_{substrato} = \frac{2 * t_{substrato} * P}{G_{substrato} * l * b} \quad (2.6)$$

$$2 * t_{substrato} = 3,8 - t_{adesivo} \quad (2.7)$$

Resultados obtidos pelo Método de Elementos Finitos mostraram que os substratos também estão sujeitos a esforços longitudinais, não se podendo supor que os mesmos só estão sujeitos ao corte, para se obter a correção desejada. Esta correção só poderá ser aceitável se a espessura do adesivo não for demasiado pequena, visto que quanto maiores forem as espessuras do adesivo e do substrato, mais uniforme se torna a distribuição da tensão de corte [3].

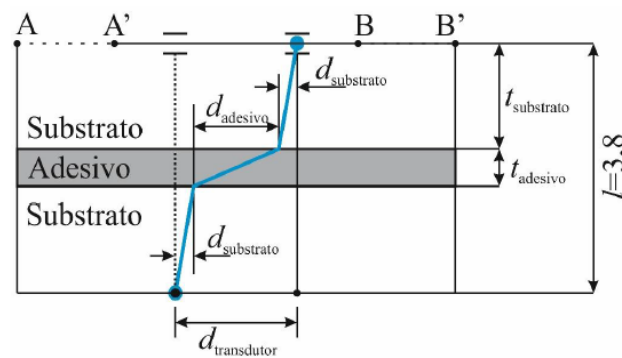


Figura 37 - Medição dos deslocamentos no ensaio TAST (adaptado de [4])

2.3.3 Caracterização das propriedades de fratura à tração

No âmbito de caracterizar um adesivo à fratura, a taxa crítica de libertação da energia ou tenacidade à fratura G_c é um parâmetro essencial a determinar, e também o mais utilizado [47].

Segundo Irwin, Kies e Westergaard, o crescimento da fenda pode desenvolver-se sob três ações diferentes, como mostra a Figura 38 e Figura 39 [48].

O modo I representa o modo de tração, enquanto os modos II e III são os modos de corte. É comum a carga aplicada criar uma combinação de modos no crescimento da fenda, o que implica a utilização de critérios de modo misto para simular a propagação do dano [39, 41].

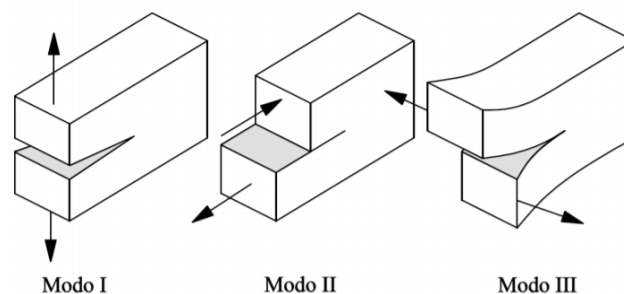


Figura 38 - Modos básicos de rotura (adaptado de [49])

David Broek relacionou pictoricamente, em 1986, os modos de rotura com tarefas do quotidiano, conforme mostrado na Figura 39:



Figura 39 - Relação pictórica da propagação de uma rotura (adaptado de [50])

2.3.3.1 Tipos de ensaio

O ensaio mais utilizado para a caracterização à fratura em modo I é o *Double-Cantilever Beam*, vulgarmente denominado pela sua sigla – DCB. O ensaio é realizado com recurso a provetes constituídos por dois substratos metálicos de igual comprimento e espessura constante, sendo o adesivo colocado entre os mesmos promovendo a sua adesão, como demonstrado na Figura 40 [39].

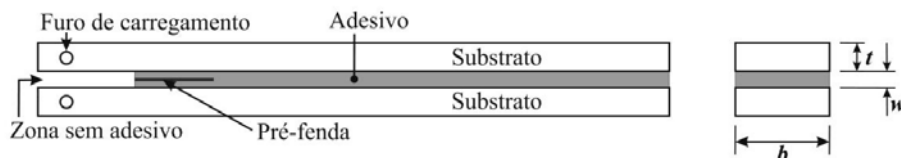


Figura 40 - Provette DCB de acordo com a norma ASTM D3433 [42]

Inerente a este modo de solicitação existem os ensaios *Tapered Double-Cantilever Beam* (TDCB) e *Contoured Double-Cantilever Beam* (CDCB). Ambos os ensaios referidos utilizam aderentes de materiais metálicos, compósitos ou outros com rigidez suficiente, como por exemplo a madeira [35]. Os provetes DCB são simples de elaborar e geralmente são a primeira escolha para caracterizar as propriedades de fratura à tração dos adesivos.

Os provetes TDCB são mais complexos e de custo mais elevado, mas têm a vantagem de apresentar uma variação da espessura que promove uma evolução linear da flexibilidade com comprimento de fenda, o que possibilita a derivação de expressões para calcular a taxa crítica de libertação de energia à tração, G_{IC} , que não dependem do comprimento de fenda [3, 35]. A maior desvantagem associada a este ensaio está relacionada com o fabrico dos provetes, que é mais complicado relativamente aos DCB, sobretudo para substratos de materiais compósitos. A norma ASTM D3433-99 prevê a geometria ilustrada na Figura 41-a [3].

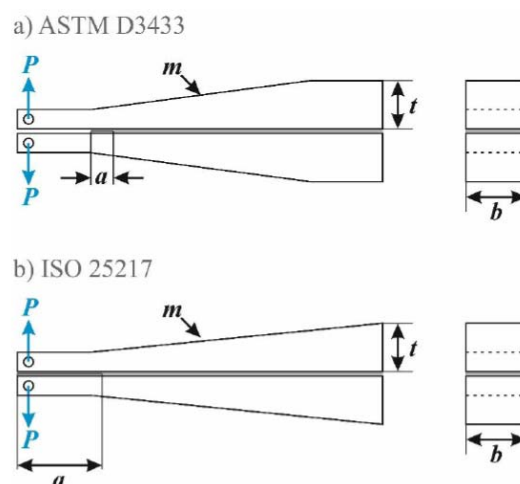


Figura 41 - Provete TDCB de acordo com as normas ASTM (a) e ISO (b) [42]

Neste caso, G_{IC} é dado por [3, 35]:

$$G_{IC} = \frac{4 * P^2 * m}{E * b^2} \quad (2.8)$$

onde,

$$m = \frac{3 * a^2}{t^3} + t^{-1} \quad (2.9)$$

sendo m uma constante que define a relação entre t e o comprimento de fenda a [3, 26, 35].

Em alternativa existe uma configuração possível dada pela norma ISO 25217 ilustrada na Figura 41-b. Neste tipo de geometria os valores de G_{IC} podem ser determinados de três modos diferentes:

- *Simple Beam Theory* – SBM

$$G_{IC} = \frac{4 * P^2 * m}{E * b^2} \quad (2.10)$$

- *Corrected Beam Theory* – SBM

$$G_{IC} = \frac{4 * P^2 * m}{E * b^2} * \left[1 + 0,43 * \left(\frac{3}{m * a} \right)^{1/3} \right] \quad (2.11)$$

- *Experimental Compliance Method* – ECM

$$G_{IC} = \frac{P^2}{2 * b} * \frac{dC}{da} \quad (2.12)$$

A Figura 42 apresenta as curvas G_{IC-a} obtidas durante o ensaio TDCB com recurso a juntas de aderentes de alumínio e adesivo epóxico. É notável a semelhança de resultados obtidos entre CBT e ECM. Por outro lado, os valores segundo o método SBT são distintos e inferiores aos outros dois métodos, considerados mais eficazes [35].

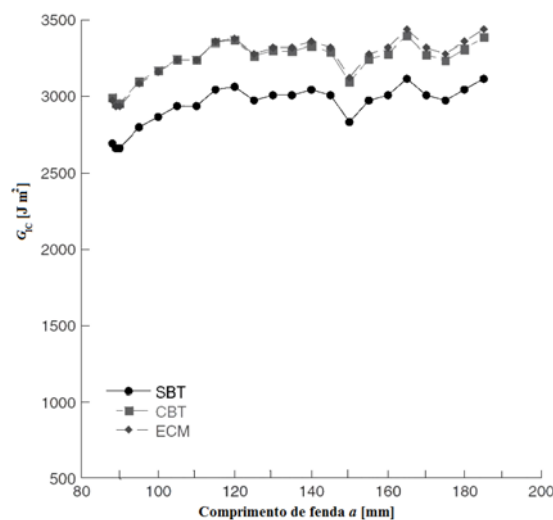


Figura 42 - Curvas G_{IC-a} obtidas num ensaio TDCB (juntas de aderentes de alumínio e adesivo epóxico) [35]

2.3.3.2 Ensaio Double-Cantilever Beam

O ensaio DCB é universalmente aceite para a caracterização da fratura em modo I. As principais vantagens deste ensaio incluem a sua simplicidade e a possibilidade de obter G_{IC} matematicamente usando a Teoria das Vigas [51].

Um problema associado a este ensaio é a possibilidade de propagação instável da fenda, o que vai dificultar a medição do seu comprimento durante o ensaio [4, 43, 44]. Dependendo do adesivo utilizado e mesmo utilizando técnicas de ampliação fotográfica e camadas de vernizes frágeis, como corretores, para facilitar a visualização (ver Figura 43), o início da fenda pode não ser claramente visível. Estes aspetos podem induzir em erros significativos para cálculos posteriores [4].



Figura 43 - Propagação da fenda num provete DCB [42]

Segundo as diretrizes da norma ASTM D3433, os provetes utilizados no ensaio DCB (Figura 44) são constituídos por dois substratos de igual comprimento L , e valores de t e b constantes. O adesivo vai unir os dois substratos, considerando o comprimento de fenda inicial a_0 desde a zona onde é aplicada a solicitação até à extremidade da pré-fenda presente no adesivo [51]. A norma ISO 25217 prevê a utilização de outros provetes com configuração diferente na zona de carregamento (Figura 45) [35].

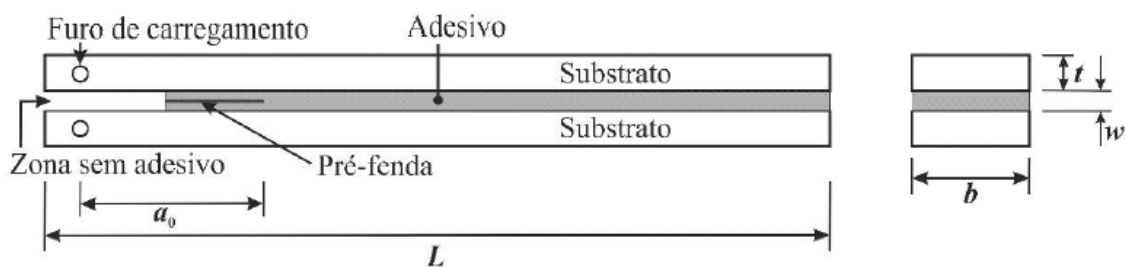


Figura 44 - Geometria de um provete DCB segundo a norma ASTM D3433 [42]

A norma americana ASTM D3433 prevê o cálculo de G_{IC} , em $N\ mm^{-1}$, pela seguinte expressão [35]:

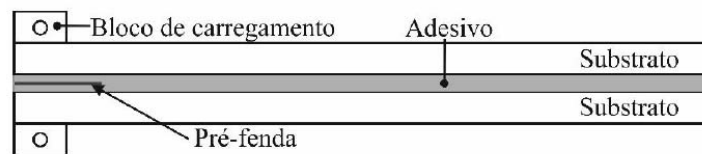
$$G_{IC} = \frac{(4 * P_{max}^2) * (3 * a^2 + t^2)}{E * b^2 * t^3} \quad (2.13)$$

onde:

P_{max} representa a carga máxima;

a representa a distância entre eixo dos pinos que efetuam a aplicação da carga e a posição estacionária da fenda.

a) DCB com blocos de carregamento



b) DCB com dobradiças

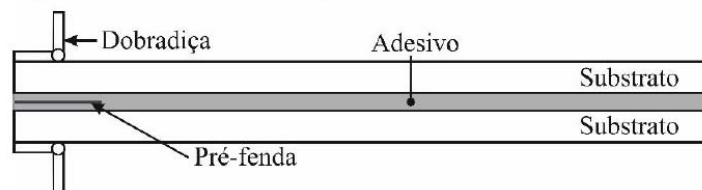


Figura 45 - Provetes DCB com blocos de carregamento (a) e dobradiças (b) [42]

Como os substratos são metálicos, uniformes e simétricos, para que não ocorra plastificação durante o ensaio a norma ASTM D3433 define que a espessura mínima t_{min} é dada pela equação:

$$t_{min} = \sqrt{\frac{(6 * T_{max}) * a}{b * \sigma_y}} \quad (2.14)$$

onde T_{max} representa a carga máxima de início da propagação da fenda ampliada em 150%.

2.3.3.3 Procedimento de ensaio de provetes DCB

O ensaio DCB pode ser realizado numa máquina de ensaios universal desde que tenha amarras ou gabaris adequados, como ilustra a Figura 46. Os valores típicos de carga máxima durante o ensaio variam dos 100 N aos 5000 N [35]. O deslocamento das amarras da máquina de ensaio é realizado a uma velocidade constante entre os 0,1 e 5 mm min⁻¹ até ocorrer rotura do provete [26, 35]. Os substratos poderão sofrer deformação plástica, pelo que os valores de G_{IC} irão ser comprometidos e posteriormente originar valores não representativos de G_{IC} do adesivo [26].

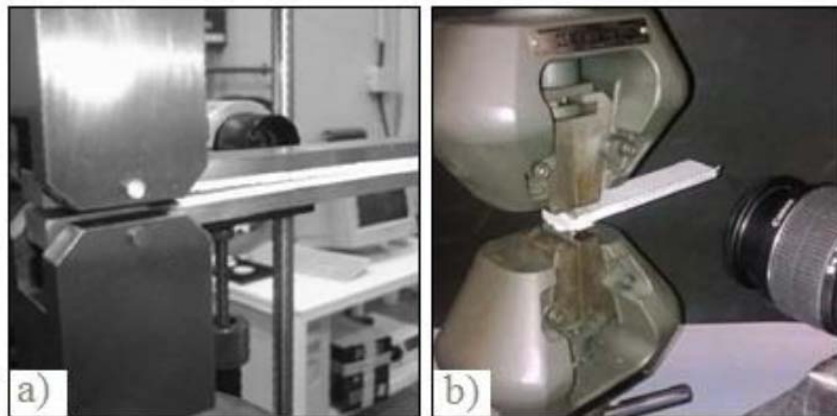


Figura 46 – Setup do ensaio DCB. Substratos com furos de carregamento (a) [4] e substratos com dobradiças (b) [31]

Durante o ensaio é registada a carga P e o deslocamento δ , resultando na curva P - δ , exemplificada na Figura 47, medindo ainda o valor de α . Para as análises que necessitam da medição do valor de α , devem-se registar as imagens com um intervalo pré-estabelecido para possibilitar a sua medição durante a propagação da fenda [26].

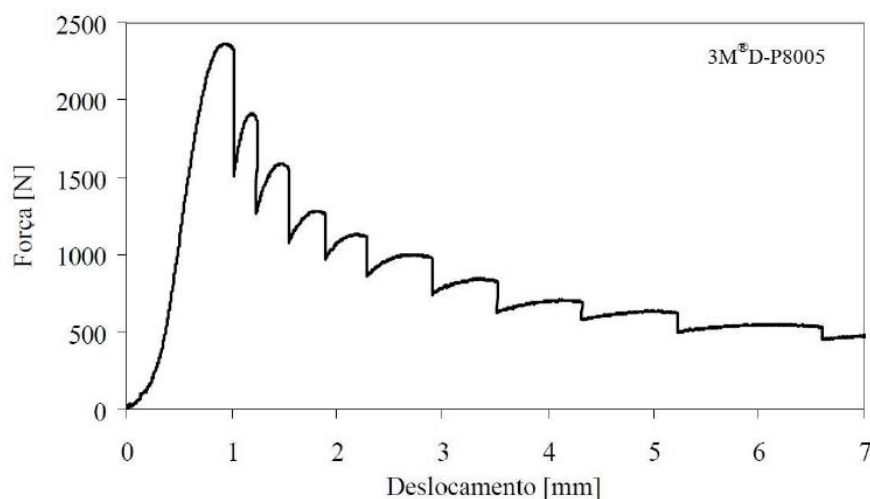


Figura 47- Curva P - δ de um ensaio DCB (substratos de aço C45E e adesivo 3M®D-P8005) [4]

Como referido anteriormente, é necessário revestir a face lateral do provete com uma camada frágil de verniz, como por exemplo uma película de tinta corretora, para melhor visualização da extremidade da fenda. É ainda colada uma escala milimétrica nos aderentes para auxiliar à medição da posição da fenda em cada fase do ensaio [4]. As imagens obtidas do ensaio servirão para correlacionar o tempo decorrido desde o início de cada ensaio e o avanço da fenda em relação ao seu ponto inicial com a curva P - δ (o tempo de ensaio de cada ponto da curva é definido com precisão pelo deslocamento absoluto e a velocidade de ensaio estabelecida) [52]. A Figura 49 apresenta uma imagem captada durante o ensaio, permitindo a medição de α .

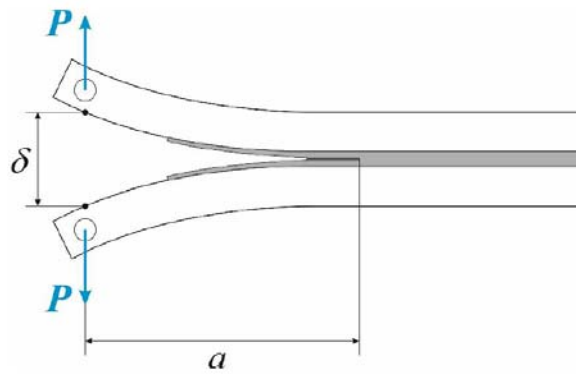


Figura 48 - Esquema de ensaio DCB [42]

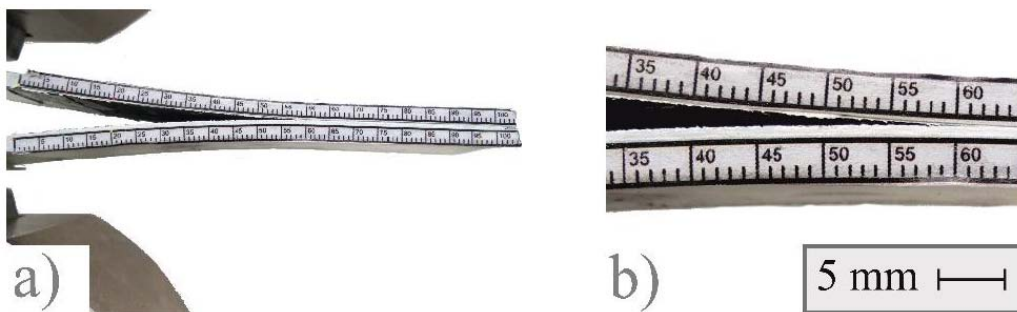


Figura 49 – (a) Fotografia captada durante um ensaio DCB; (b) pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda [42]

2.3.3.4 Métodos de redução para G_{IC}

2.3.3.4.1 Métodos que requerem a medição do comprimento de fenda

De modo a determinar o valor de G_{IC} existem vários métodos possíveis que necessitam a medição do comprimento de fenda dos quais se destacam: o *Compliance Calibration Method* (CCM), *Direct Beam Theory* (DBT) e ainda o CBT.

Do ensaio DCB são retiradas grandezas básicas como P , a e ainda δ dos pontos de aplicação da carga. A partir dessas grandezas, pelo método CCM determina-se a taxa de libertação de energia recorrendo à equação de Irwin-Kies [51, 53]:

$$G_{IC} = \frac{P^2}{2b} * \frac{dC}{da} \quad (2.15)$$

onde a flexibilidade C é a razão entre δ e P . Podem ser utilizados polinómios de terceiro grau para ajustar as curvas da flexibilidade $C = f(a)$ [51]:

$$C = C_3 a^3 + C_2 a^2 + C_1 a + C_0 \quad (2.16)$$

No caso de se recorrer à equação anterior, G_{IC} é dado por [51]:

$$G_{IC} = \frac{P^2}{2b} (3 * C_3 a^2 + 2 * C_2 a + C_1) \quad (2.17)$$

Em alternativa pode-se utilizar a Teoria das Vigas Direta que, baseada na teoria das vigas elementar, origina [52]:

$$G_{IC} = \frac{12 * a^2 * P^2}{b^2 * t^3 * E_x} \quad (2.18)$$

em que E_x representa o módulo de elasticidade dos aderentes na direção longitudinal. Existe ainda o método CBT no qual G_{IC} é obtido através da equação [51]:

$$G_{IC} = \frac{3 * P * \delta}{2 * b * (a + \Delta)} \quad (2.19)$$

onde Δ é um fator de correção que contabiliza a rotação dos aderentes na extremidade da fenda, que se determina a partir da regressão linear $C^{1/3} = f(a)$. A regressão linear pode ser obtida através de ensaios experimentais de três provetes (Figura 50), com valores de a_0 distintos [53, 54].

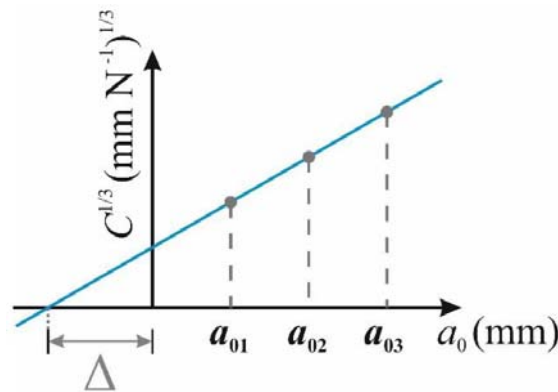


Figura 50 - Determinação da correção Δ pela regressão linear [42]

Uma alternativa a contabilizar os efeitos de rotação dos aderentes na extremidade da fenda passa pela utilização de um parâmetro Δ_I dado por [54]:

$$\Delta_I = t * \sqrt{\frac{E}{11 * G} * \left[3 - 2 * \left(\frac{\Gamma}{1 + \Gamma} \right)^2 \right]} \quad (2.20)$$

onde:

$$\Gamma = 1,18 * \frac{E}{G} \quad (2.21)$$

O parâmetro Δ_I pode ser usado na equação do método CBT substituindo o parâmetro Δ [53].

2.3.3.4.2 Métodos baseados no comprimento de fenda equivalente

No método *Compliance-Based Beam Method* (CBBM), deve-se considerar um comprimento de fenda equivalente a_{eq} durante a propagação da fenda, de modo a se obter G_{IC} . Em adesivos com alguma ductilidade é necessário considerar o efeito da Zona de Processo da Fratura (ZPF). A ZPF é a região do material danificado por processos inelásticos, tais como a microfissuração, microdeformação plástica, entre outros, e localiza-se na extremidade da fenda, como demonstrado na Figura 51 [39, 51].

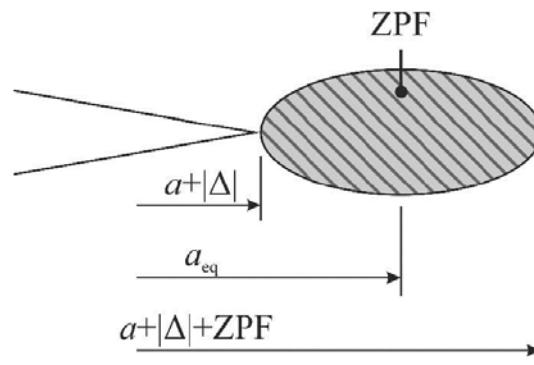


Figura 51- Representação esquemática da FPZ e do conceito de a_{eq} [42]

O valor de a_{eq} pode ser obtido utilizando a equação seguinte como função da equação do Teorema de Castigliano, substituindo a por a_{eq} [51].

$$a_{eq} = a + |\Delta| + \Delta_{aZPF} \quad (2.22)$$

e,

$$\delta = \frac{\partial U}{\partial P} = \frac{8 * P * a^3}{E * b * t^3} + \frac{12 * P * a}{5 * b * t * G} \quad (2.23)$$

Assume-se que:

$$U = 2 * \left[\int_0^a \frac{M_f}{2 * E * I} dx + \int_0^a \int_{\frac{t}{2}}^{\frac{t}{2}} \frac{\tau^2}{2 * G} * b dz dx \right] \quad (2.24)$$

E ainda que:

$$\tau = \frac{3}{2} * \frac{V}{b * t} * \left(1 - \frac{y^2}{c^2}\right) \quad (2.25)$$

onde U representa a energia de deformação devido à flexão e ao corte dos dois braços do provete. Os parâmetros c e V são, respetivamente, metade da espessura e a carga transversal em cada braço, e I é o momento estático de segunda ordem da viga, dado por [39, 51]:

$$I = \frac{b * t^3}{12} \quad (2.26)$$

Neste método considera-se ainda um módulo de flexão equivalente E_f que pode ser obtido através do Teorema de Castigliano, usando uma flexibilidade inicial C_0 [51]:

$$E_f = (C_0 - \frac{12 * (a_0 + \Delta)}{5 * b * t * G})^{-1} * \frac{8 * (a_0 + \Delta)}{b * t^3} \quad (2.27)$$

G_{IC} é obtido pela seguinte equação, tomando por base a equação 2.15 [51]:

$$G_{IC} = \frac{6 * P^2}{b^2 * t} * (\frac{2 * a_e^2}{t^2 * E_f} + \frac{1}{5 * G}) \quad (2.28)$$

2.3.3.4.3 Métodos baseados no Integral J

No caso de os materiais se deformarem plasticamente, a análise efetuada pelo conceito da Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) não é válida. Nestes casos utiliza-se o método do Integral J [55].

Face às dificuldades surgidas na caracterização da zona deformada em torno da extremidade de uma fenda, e como não se conseguia formular um parâmetro que definisse completamente esta situação, Rice, no ano de 1968, introduziu o integral J para investigação da propagação de fendas em materiais dúcteis [56]. Trata-se de um integral de linha em torno da ponta da fenda, invariante para qualquer percurso utilizado desde que se inicie na face inferior e termine na face superior da fenda, como ilustrado na Figura 52 [53].

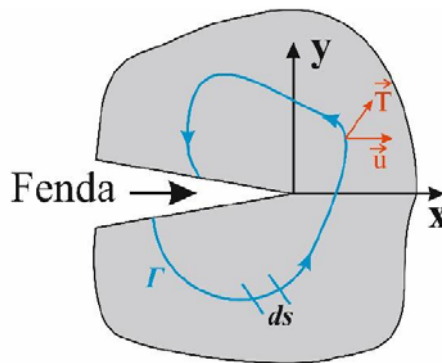


Figura 52 - Contorno arbitrário em torno da ponta da fenda [57]

Rice, considerando o princípio de conservação de energia, demonstrou que o integral J se define pela seguinte expressão [56]:

$$J = \int_{\Gamma} \left[W dy - T \frac{du}{dx} ds \right] \quad (2.29)$$

onde s define o caminho, em sentido anti-horário, em torno da ponta da fenda, W é a densidade de energia de deformação do material (J), T é o vetor de tração, e u é o campo de deformação.

Em trabalho realizado com base na equação anterior definida por Rice [55], Ji [58] chegou à seguinte expressão para determinar o valor de G_{IC} :

$$G_{IC} = \int_0^{\delta_n^f} t_n * (\delta_n) * d\delta_n \quad (2.30)$$

Considera-se δ_n e δ_{nf} como a abertura da fenda atual e de rotura, respetivamente, medidas em a_0 , e ainda t_n como a tensão normal de tração aplicada.

Aplicado ao ensaio DCB, o Integral J é baseado no conceito do balanço energético e na Teoria das Vigas, e G_I é calculado pela seguinte expressão [54]:

$$G_I = 12 * \frac{(P_u * a)^2}{E * t^3} + P_u * \theta_0 \quad (2.31)$$

ou

$$G_I = P_u * \theta_p \quad (2.32)$$

onde P_u representa a carga aplicada por unidade de largura nas extremidades dos aderentes, ϑ_0 a rotação relativa dos aderentes na ponta da fenda e ϑ_p a rotação relativa dos aderentes na linha de carregamento [35]. Desta forma, o procedimento do ensaio consiste em medir os valores de P_u , a , δ_n e ϑ_0 . Respeitante ao cálculo de G_{IC} , tem-se em conta o valor de patamar da curva G_I - δ_n [54].

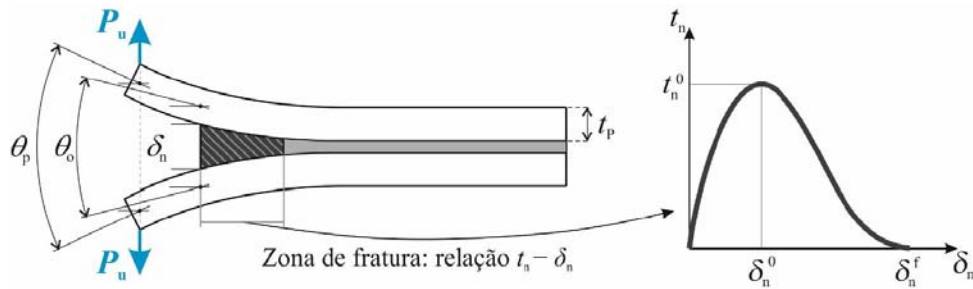


Figura 53 - Representação esquemática da zona de fratura e relação gráfica t_n - δ_n [42]

Ainda de referir que este método permite obter a lei coesiva do adesivo, o que é uma grande vantagem para efeitos de previsão de resistência por métodos avançados da mecânica do dano, como sejam os modelos de dano coesivo [54].

2.3.4 Caracterização das propriedades de fratura ao corte

2.3.4.1 Tipos de ensaio

No contexto de caracterização à fratura em modo puro II para obtenção da determinação da taxa crítica de libertação de energia ao corte (G_{IIC}) destacam-se os ensaios ENF, *Four-Point End-Notched Flexure* (4ENF) e *End-Loaded Split* (ELS) [3, 35]. Grande parte das normas e artigos existentes relativos a este tema baseia-se em ensaios geralmente utilizados para a caracterização da fratura interlaminar em materiais compósitos, como a norma JIS K 7086 [59, 60]. Trata-se de um modo deslizante ou de corte, onde as superfícies da fenda se deslocam uma sobre a outra no sentido perpendicular à frente da fenda.

Dos três tipos de ensaios referidos, o ENF é o mais utilizado, devido à sua simplicidade para a caracterização de materiais à fratura em modo II. No estudo de adesivos, o provete (Figura 54) é constituído por dois braços de t constante colados entre si por um adesivo selecionado, apoiando-se em dois pontos nas extremidades. A junta, submetida a um esforço vertical a meio vão, encontra-se desta forma sujeita a uma flexão em três pontos, o que causa um modo de corte no adesivo [51]. O subcapítulo 2.3.4.2. detalha este tipo de ensaio.

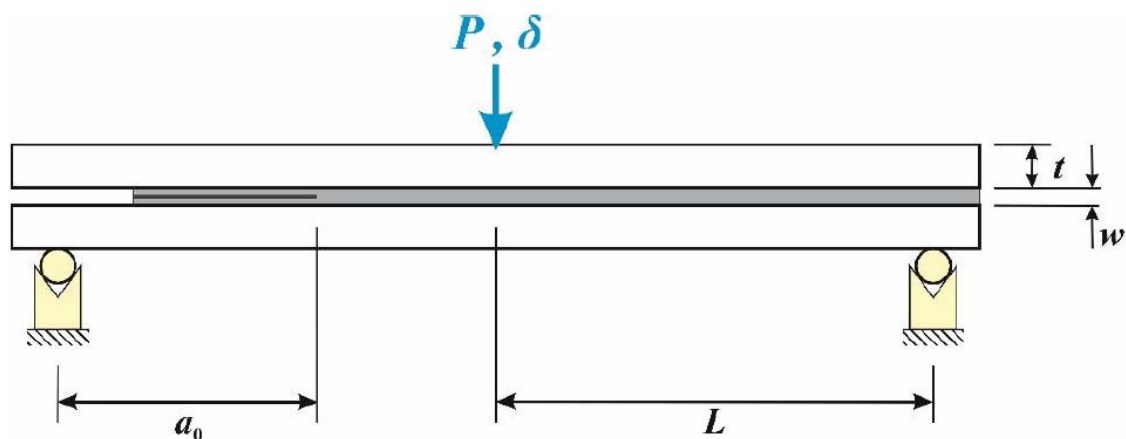


Figura 54 - Representação esquemática de um ensaio ENF [42]

O ensaio 4ENF toma por base o provete ENF, mas acaba por ter um equipamento mais complexo, através da adição de um ponto adicional de carregamento, tornando-se assim num ensaio de flexão em quatro pontos. Igualmente ao método ENF, o provete é constituído por dois substratos de igual comprimento e t constante colados entre si pelo adesivo de espessura w e provido de uma pré-fenda.

Existem alguns problemas de fricção na região da pré-fenda relacionados ao tipo de carregamento adotado [60]. Tal como no ensaio ENF, P é igualmente aplicada a meio vão, mas não diretamente sobre o provete, ficando a distribuição equitativa de esforços a cargo de dois cilindros de carga afastados da mesma distância do ponto onde a força é aplicada (Figura 55).

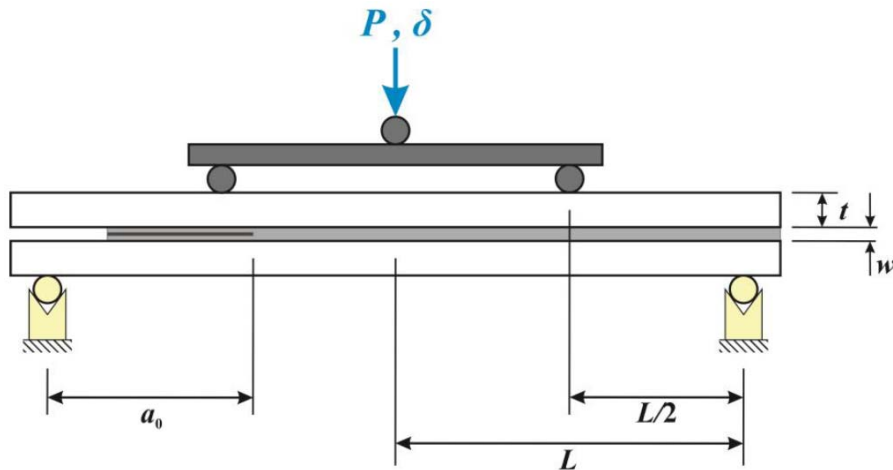


Figura 55 - Representação esquemática de um ensaio 4ENF [42]

Contrariamente aos ensaios ENF e 4ENF, o ensaio ELS consiste na solicitação mediante um cilindro de carga na extremidade do provete, estando a outra extremidade encastrada. Este ensaio requer por isso uma fixação mais trabalhosa, como ilustrado na Figura 56 [51].

Verifica-se que o provete é impedido de se deslocar na vertical, mas livre para se mover na horizontal. Como desvantagens existe a existência de deslocamentos e a grande sensibilidade às condições de aperto do provete induzem algumas dificuldades na obtenção de valores corretos de G_{IIC} . Por outro lado, este método tem a vantagem de favorecer uma iniciação estável da fenda [3, 35, 60].

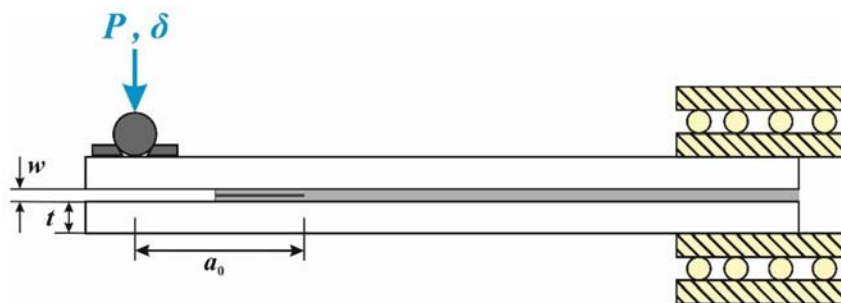


Figura 56 - Representação esquemática de um ensaio ELS [42]

2.3.4.2 Ensaio End-Notched Flexure

O ensaio ENF tem algumas semelhanças com o DCB, tais como requerer a existência de uma pré-fenda na camada adesiva e o problema associado à propagação instável da

fenda. Neste ensaio aplica-se um deslocamento a meio vão do provete, resultando assim um esforço de corte na camada adesiva. O provete somente se encontra apoiado nas suas extremidades e, como tal, está livre de elementos de ligação à máquina de testes como blocos de carga, furos de carregamento ou dobradiças como se verificava no ensaio DCB, simplificando o seu fabrico [3, 31, 61].

Os aderentes neste tipo de ensaio atingem facilmente o regime plástico, devendo-se adequar o tipo de material utilizado ao adesivo selecionado. Deve existir uma correta relação entre a espessura e a rigidez para evitar a plastificação dos substratos [35], já que esta pode comprometer a determinação do valor de G_{IIC} , originando assim valores desfasados da verdade [14]. Dado que a fenda cresce sem abertura, irá existir a dificuldade de visualização clara do ponto inicial da mesma, fator esse significativo para a obtenção de valores corretos, já que as técnicas de redução de dados clássicos geralmente necessitam da medição de a durante o ensaio [62]. Outro inconveniente próprio deste ensaio é a instabilidade de propagação da fenda. De modo que a propagação da fenda seja estável este ensaio requer a existência da seguinte relação entre L e a_0 , para materiais compósitos [63]:

$$\frac{a_0}{L} > 0,7 \quad (2.33)$$

Caso a ductilidade do adesivo seja alta, podem ocorrer problemas na medição da fenda durante o teste [3]. De facto, pode ocorrer um desfasamento entre a posição da extremidade da fenda e o estalar da tinta corretora, devido ao estalar da camada de tinta corretora antes da propagação real da fenda, o que faz com que o valor medido de a não corresponda à realidade. Com o tipo de solicitação aplicada, a fenda propaga-se sem separação dos substratos, dificultando a visualização correta de a . Tal como no ensaio DCB, neste método também são utilizadas técnicas de ampliação, camadas de vernizes frágeis e escalas milimétricas para facilitar a visualização da propagação da fenda. A Figura 57 apresenta uma fotografia registada durante uma experiência, permitindo a medição de a .

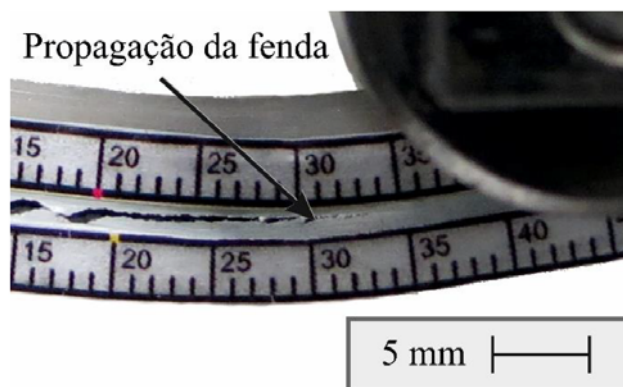


Figura 57 - Propagação na fenda num provete ENF [42]

Os provetes ENF são constituídos por dois substratos de igual L , e valores de t e b constantes. O adesivo de uma determinada espessura é responsável pela adesão dos dois substratos. Cria-se ainda uma pré-fenda, exemplificada na Figura 58.

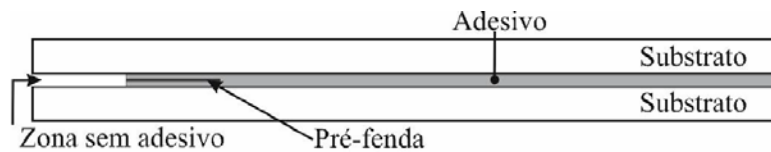


Figura 58 - Provette ENF [42]

2.3.4.3 Procedimento de ensaio de provetes ENF

Os provetes ENF podem ser testados em qualquer máquina de ensaios universal que permita o registo da curva $P-\delta$. Neste ensaio é aplicado um deslocamento a taxa constante a meio vão do provete através de um meio de carga. Tanto o elemento de carga como os de apoio do provete devem permitir uma rotação livre de modo a evitar os efeitos de fricção de contacto durante o ensaio [35]. Deve-se dispor de um suporte para apoiar o provete sobre dois pontos e definir qual a distância entre os mesmos. Os dois pontos são anotados no próprio provete a uma distância equidistante do centro, bem como o ponto de aplicação de carga a meio vão. Este último é de extrema importância para a correta realização do ensaio ENF, podendo comprometer a propagação da fenda, caso os paralelismos com a base não sejam assegurados [42]. A Figura 59 representa, esquematicamente, o explicado anteriormente.

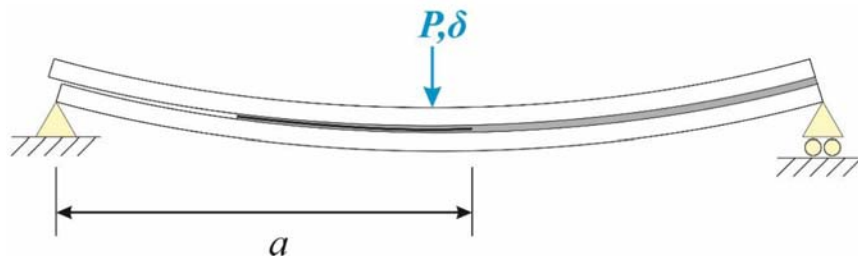


Figura 59 - Representação esquemática de um ensaio ENF [42]

A velocidade de ensaio deve ser ajustada à taxa de deformação de corte desejada para o adesivo, e deverá ser suficientemente pequena para permitir uma monitorização contínua da fenda. Visto que a propagação da fenda ocorre a um valor constante de G_{IIC} é sugerido que se construa a Curva- R (relação de G_{II} com a) para a avaliação do valor de G_{IIC} [35]. A Figura 60 apresenta os resultados práticos de Curvas- R para um determinado ensaio ENF.

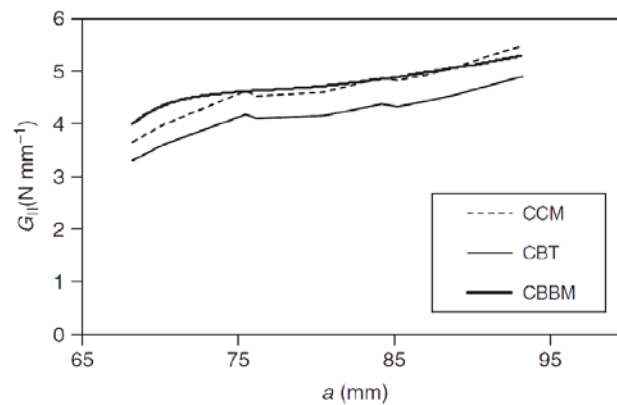


Figura 60 - Curvas-R de um ensaio ENF pelos diferentes métodos [64]

Ainda neste ensaio, para efeitos de análise de a , devem-se gravar imagens com intervalos constantes e reduzidos (normalmente 5 segundos), que demonstrem a progressão da fenda. As imagens obtidas servirão para correlacionar o tempo decorrido desde o início de cada ensaio e o avanço da fenda em relação ao seu ponto inicial. A Figura 61-a ilustra uma imagem captada durante o ensaio, permitindo a medição de a através da ampliação da zona de propagação da fenda (Figura 61-b).

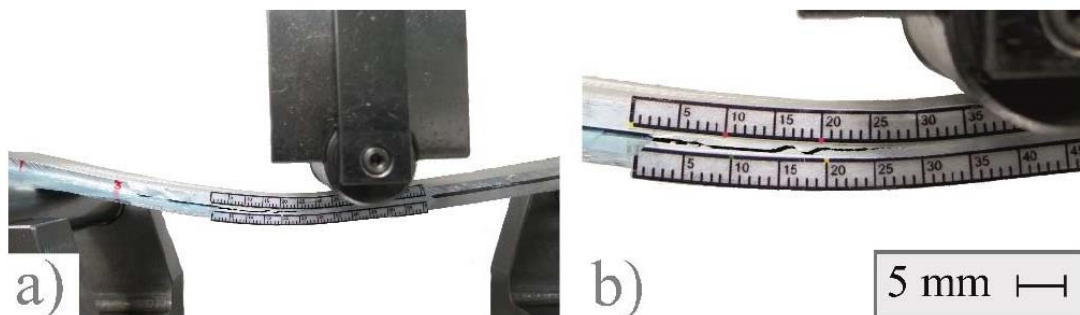


Figura 61 – (a) Fotografia captada durante um ensaio ENF; (b) pormenor da fotografia para avaliar a propagação da fenda [42]

2.3.4.4 Métodos de redução para G_{IIC}

2.3.4.4.1 Métodos que requerem a medição do comprimento de fenda

Para os ensaios de determinação de G_{IIC} utilizam-se métodos semelhantes aos que foram abordados anteriormente para G_{IC} , embora com os ajustes necessários à modificação do carregamento e condições de apoio [31]. Assim, existem diversos métodos de redução para medição de G_{IIC} que podem ser aplicados a juntas adesivas. Os métodos CCM, CBT e DBT dependem da medição da fenda durante a sua

propagação. Enquanto os métodos CCM e DBT costumam ser bastante precisos, o CBT por vezes subestima G_{IIC} [47].

Estes métodos dependem da medição de a durante a realização do ensaio. Assim, nem sempre se obtém a precisão necessária na monitorização da fenda durante o ensaio [47].

Pelo método CCM, G_{IIC} é avaliado através da equação Irwin-Kies [53, 65]. Na generalidade dos trabalhos publicados usa-se o seguinte polinómio cúbico para ajustar as curvas da flexibilidade $C=f(a)$ [35]:

$$C = C_1 a^2 + C_0 \quad (2.34)$$

o que leva à seguinte equação [48]:

$$G_{IIC} = \frac{3 * P^2 * C_1 a^2}{2 * b} \quad (2.35)$$

De modo a fazer uma descrição mais detalhada dos métodos habitualmente utilizados no tratamento de dados do ensaio ENF vai-se igualmente abordar a Teoria das Vigas, inicialmente sem correções (DBT). Assume-se que os dois braços do provete na zona da fenda atuam como duas vigas independentes, cada uma delas suportando metade da carga aplicada. Desta forma, o momento estático de segunda ordem da secção de cada uma das vigas é um oitavo da observada para o provete. A variação das tensões de corte ao longo da espessura de cada braço do provete é dada pela equação 2.24. Adicionando as componentes de flexão da energia de deformação U_f e a de corte U_c e aplicando o teorema de Castigliano, o deslocamento no ponto de aplicação da carga é dado pela expressão [3]:

$$\delta = \frac{\partial U}{\partial P} = \frac{P * (3 * a^3 + 2 * L^3)}{12 * E * I} + \frac{3 * P * L}{10 * G * b * t} \quad (2.36)$$

Com recurso à equação 2.15, G_{IIC} é dado por [3]:

$$G_{IIC} = \frac{9 * P^2 * (a + \Delta_{II})^2}{4 * b^2 * t^3 * E_1} \quad (2.37)$$

onde E_1 representa o módulo de elasticidade longitudinal e Δ_{II} a correção do comprimento de fenda responsável por efeitos de rotação e corte ($\Delta_{II} = 0,49 \times \Delta_I$).

2.3.4.4.2 Métodos baseados no comprimento de fenda equivalente

Assumindo o que foi referido anteriormente, pode-se proceder ao cálculo de G_{IIC} pelo método CBBM. Assim, utilizando a Teoria das Vigas, pode-se traçar a flexibilidade como [48]:

$$C = \frac{(3 * a^3 + 2 * L^3)}{8 * E * b * t^3} + \frac{3 * L}{10 * G * b * t} \quad (2.38)$$

Como E_f desempenha um papel importante da curva P - δ , este pode ser calculado através da equação precedente usando C_0 e a_0 [35]:

$$E_f = \frac{(3 * a_0^3 + 2 * L^3)}{8 * b * t^3 * C_{0corr}} \quad (2.39)$$

onde C_{0corr} é a flexibilidade inicial corrigida e dada por [35]:

$$C_{0corr} = C_0 - \frac{(3 * L)}{10 * G * b * t} \quad (2.40)$$

Combinando a equação de C com a de E_f e substituindo a por a_{eq} surge:

$$a_{eq} = a + \Delta_{aZPF} = \left[\left(\frac{C_{corr}}{C_{0corr}} * a_0^3 \right) + \left(\frac{2}{3} * \left(\frac{C_{corr}}{C_{0corr}} - 1 \right) * L^3 \right) \right]^{1/3} \quad (2.41)$$

onde C_{corr} é dado pela equação 2.39, substituindo C por C_0 . G_{IIC} pode então ser definido a partir da equação de Irwin Kies, redundando em [48]:

$$G_{IIC} = \frac{9 * P^2 * a_{eq}^2}{16 * b^2 * t^3 * E_f} \quad (2.42)$$

Seguindo esta metodologia, a curva- R em modo II é obtida em função de a_{eq} e G_{IIC} é obtido a partir do seu patamar. Apenas os dados de deslocamento de carga obtidos durante o ensaio experimental são relevantes para este método. Assim, é superado o problema associado com a monitorização de a , uma vez que o comprimento da fenda é um parâmetro calculado em vez de medido. Na verdade, os adesivos dúcteis são caracterizados por uma ZPF extensa, que deve ser contabilizada, dado que a sua presença afeta o comportamento da fratura [47].

O método proposto evita assim a medição de a . A partir dos dados de P e δ adquiridos no ensaio experimental, pode-se traçar diretamente a curva- R , em função de a_{eq} . A parte ascendente inicial da curva- R corresponde ao desenvolvimento de ZPF à frente

da ponta de a_0 . Quando a ZPF está completamente desenvolvida, a fenda começa a propagar, a fim de definir um patamar evidente na curva G - R . Este patamar define o valor de G_{IIc} [47].

2.3.4.4.3 Métodos baseados no Integral J

Como acontece no ensaio DCB, também é possível calcular o valor de G_{IIc} pelo método do Integral J, embora existam algumas diferenças de formulação inerentes ao método ENF. O valor do Integral J é dado por [66]:

$$G_{II} = \frac{9 * (P_u * a)^2}{16 * E * t^2} + \frac{3 * P_u * \delta_s}{8 * t} \quad (2.43)$$

onde δ_s representa o deslocamento de corte entre os aderentes, superior e inferior, na extremidade da fenda. Esta equação permite traçar a curva G_{II} - δ_s , que apresenta inicialmente uma evolução crescente de G_{II} . É atingido um valor constante de G_{II} quando a fenda inicia a propagação, valor este que corresponde ao valor medido de G_{IIc} (Figura 62). Relativamente aos métodos anteriores, é necessária a medição adicional do valor de δ_s durante o ensaio [35]. Este método, tal como no DCB, permite determinar a lei coesiva, neste caso em corte, através da diferenciação da curva de G_{II} em função de δ_s (Figura 62) [67].

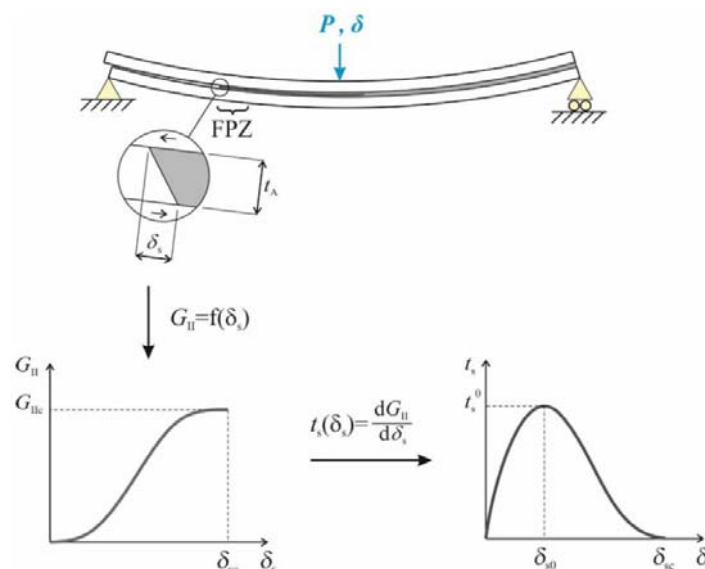


Figura 62 - Processo de obtenção de G_{IIc} e da lei coesiva ao corte através do método direto [42]

2.3.5 Aditivação por partículas

Atualmente é usual a inclusão de partículas para melhorar determinadas propriedades mecânicas de adesivos estruturais. Os adesivos estruturais são conhecidos pela sua resistência mecânica mas também pela baixa ductilidade e tenacidade. Existem vários

métodos, vastamente descritos na literatura, que permitem aumentar a tenacidade destes adesivos. Um dos métodos mais difundido é a inclusão de partículas de borracha [68]. Porém, existem outros estudos feitos com outra especificidade de partículas que alteram as propriedades dos adesivos.

2.3.5.1 Partículas de cortiça

As regulamentações governamentais e uma crescente consciência ambiental em todo o mundo geraram um paradigma de mudança na direção de projetar material compatível com o meio ambiente [69].

Os materiais naturais estão a captar cada vez mais a atenção para a sua utilização como matérias de reforço, maioritariamente devido às suas propriedades térmicas, baixa densidade, baixo custo e a sua sustentabilidade como matéria-prima [68].

A inclusão de partículas, podendo ser elas micro ou nano, é um método que promove a melhoria das propriedades mecânicas, tal como a tenacidade dos adesivos. A inclusão de micropartículas de cortiça foi testada com resultados satisfatórios. As partículas de cortiça, na matriz polimérica, criam obstáculos à propagação de fendas, aumentando deste modo a tenacidade do material composto. Este facto ocorre pela excecional combinação de propriedades deste material. As células fechadas e prismáticas da cortiça trabalham em conjunto e é um material elasticamente ortotrópico com simetria axial em relação ao sentido da árvore [68].

Na Figura 63, verifica-se que a inclusão da cortiça torna o adesivo estudado – ARALDITE 2020® – mais dúctil [68].

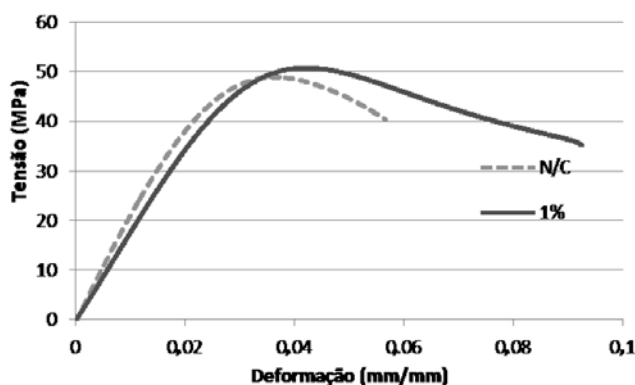


Figura 63 - Influência da cortiça na resistência à tração [68]

A Figura 64 mostra os resultados da deformação máxima e do módulo de Young para provetes com e sem cortiça. Não existe grande diferença, nos valores de módulo de Young, entre os provetes com e sem cortiça. Porém, analisando a Figura 64 observa-se que com a adição de 1% de cortiça, o compósito apresenta um maior valor de deformação máxima [68].

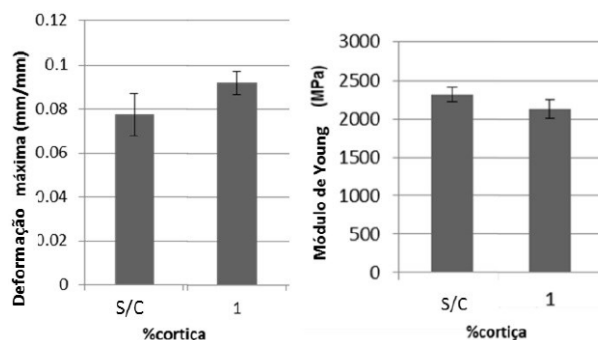


Figura 64 -Representação esquemática da deformação máxima (esquerda) e do módulo de Young (direita) de provetes com e sem cortiça, quando sujeitos a uma força de tração uniaxial [68]

Silva *et al.*, avaliou se a influência do tamanho das partículas de cortiça, a quantidade e o tratamento de superfície no mesmo adesivo base - ARALDITE 2020® [70]. As conclusões retiradas desse estudo foram as seguintes [70]:

- O tamanho, a quantidade e o tratamento com plasma influenciam as propriedades mecânicas do compósito cortiça/resina (ver Figura 65). Para provetes sem tratamento de superfície, pequenas partículas e maior quantidade de partículas de cortiça apresentam maior valor de tensão. Pequenas quantidades de partículas maiores apresentam resultados piores do que a resina pura. Amostras sem tratamento de superfície apresentam valores de deformação mais elevados do que amostras com tratamento de superfície;
- De acordo com o método de Taguchi, o tamanho das partículas é o fator de maior influência nas propriedades mecânicas;
- A influência do tratamento de plasma é mais significativo nas partículas pequenas, porque elas são mais facilmente erodidas pela ação do tratamento de superfície.

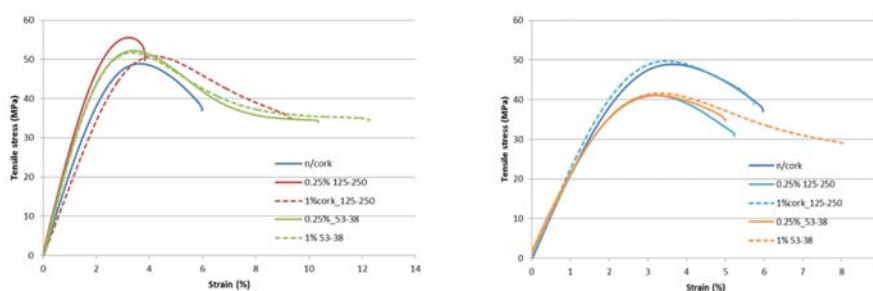


Figura 65 – Curva de tensão-deformação de tração de provetes com (direita) e sem tratamento de plasma (esquerda) para diferentes concentrações de cortiça (s/ cortiça, 0,25 e 1%) e diferentes tamanhos (125-250 e 53-38 μm) [70]

Barbosa *et al.*, estudaram a influência da quantidade de partículas de cortiça através de ensaios *bulk*, SLI e medições da temperatura de transição vítrea, tomando por base o adesivo ARALDITE 2020®. Concluíram, através dos ensaios, que provetes aditivados com 2%, ou mais, de partículas de cortiça apresentam um comportamento pior que os

provetes sem aditivo, provavelmente porque a partir desse ponto as partículas comportam-se como defeitos, como mostra a Figura 66 [71].

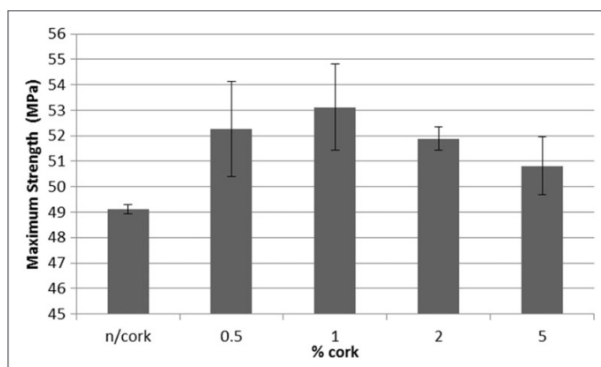


Figura 66 – Tensão máxima de provetes com diferentes quantidades de cortiça no ensaio *bulk* [71]

Os resultados obtidos nos ensaios SLJ mostraram que as juntas com 1% de cortiça apresentam uma maior resistência de junta explicada por uma maior ductilidade adesiva, o que reforça os resultados obtidos nos ensaios *bulk* [71].

DESENVOLVIMENTO

- 3.1 Caraterização do adesivo
- 3.2 Caracterização do aditivo
- 3.3 Ensaio mecânico à tração
- 3.4 Ensaio mecânico ao corte
- 3.5 Ensaio de fratura à tração
- 3.6 Ensaio de fratura ao corte
- 3.7 Discussão dos resultados obtidos

3 DESENVOLVIMENTO

Neste capítulo são descritos os detalhes experimentais, designadamente os materiais, os métodos de produção dos provetes, bem como os ensaios e respetivo procedimento para obtenção das propriedades mecânicas e de fratura da mistura, conduzindo ao objetivo principal do trabalho que passa pela caracterização da mesma.

3.1 Caracterização do adesivo

O adesivo escolhido foi o Araldite® AV138, apresentado na Figura 67, que é um composto bi-componente, combinado com o endurecedor HV 998 e que, quando combinados na proporção correta, constituem uma pasta que cura à temperatura ambiente, proporcionando um material com alta rigidez e resistências mecânicas excelentes mesmo quando as uniões adesivas com esse sistema forem submetidas a altas temperaturas de trabalho e em ambientes agressivos [72].



Figura 67 – Embalagens do adesivo e endurecedor escolhido [73]

A mistura dos dois componentes é efetuada manualmente numa razão mássica de 5:2 com auxílio de uma espátula.

Os principais benefícios do adesivo selecionado são [72]:

- Baixa emissão de gases e perda de voláteis;
- Excelente resistência química;
- Temperaturas de trabalho até 120°C;
- Cura a partir dos 5°C;
- Baixo escorrimento.

A Tabela 4 apresenta algumas propriedades mecânicas indicadas pelo fabricante. Em anexo encontra-se a ficha técnica deste adesivo.

Tabela 4 - Propriedades do adesivo selecionado [72]

Propriedade	Valor
Resistência à tração [MPa]	40-45
Resistência ao corte por tração [MPa]	13
Módulo de Young [MPa]	4700
Alongamento à rotura	1,2%
Dureza Shore D	84-86

3.2 Caracterização do aditivo

O aditivo adicionado ao adesivo para este estudo foi o pó de cortiça expandida, que é um desperdício do processo industrial do aglomerado expandido de cortiça [74].

A cortiça é a casca do sobreiro (*Quercus Suber* L.), o que significa que é um tecido vegetal 100% natural. É formada por uma colmeia de células microscópicas preenchidas com um gás semelhante ao ar e revestidas maioritariamente por suberina e lenhina. Na sua composição química identificam-se também outros compostos, embora com menos expressão, como os polissacarídeos, ceróides e taninos [74].

O aglomerado expandido de cortiça é obtido através da cozedura por insuflação de vapor de água sobreaquecido, a uma temperatura de cerca de 300 a 370°C. O vapor sobreaquecido atravessa a massa de grânulos e produz a exsudação das resinas da cortiça para a superfície dos grânulos e causa o seu aumento de volume o que, como estão confinados no autoclave, provoca a sua aglutinação [75].

Os blocos produzidos são cortados em placas de diferentes espessuras, normalmente com serras de fita, a que se segue o acerto de dimensões e esquadria, usualmente com serras de disco [75]. O desperdício causado por este processo dá origem a pequenos grânulos e ao pó de cortiça expandida (ver Figura 68).



Figura 68 - Pó de cortiça expandida [76]

A constituição química da cortiça engloba vários tipos de compostos, que tradicionalmente são divididos em cinco grupos [75]:

- Suberina (45% - responsável pela sua compressibilidade e elasticidade);
- Lenhina (27% - estrutura das paredes celulares);
- Polissacarídeos (12% - também ligados à estrutura da cortiça);
- Ceróides (6% - repelem a água e contribuem para a impermeabilidade);
- Taninos (6% - cor e proteção/conservação do material);
- Cinzas (4%).

A Tabela 5 apresenta algumas propriedades mecânicas do aglomerado expandido de cortiça indicadas pela Amorim Cork.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas da cortiça expandida [75]

Propriedade	Valor
Módulo de elasticidade à compressão [daN/cm ²]	19-28
Coeficiente de Poisson	0-0,02
Tensão de rotura à flexão [daN/cm ²]	1,4-2,0
Tensão de rotura à tração [daN/cm ²]	0,5-0,9
Deformação sob temperatura (80°C)	1,4 a 2,4% (espessura)

3.3 Ensaios mecânicos à tração

3.3.1 Fabricos dos provetes

Os provetes *bulk* para a caracterização das propriedades mecânicas à tração foram produzidos segundo a norma francesa NF T 76-142, e as suas dimensões estão exibidas na Figura 69.

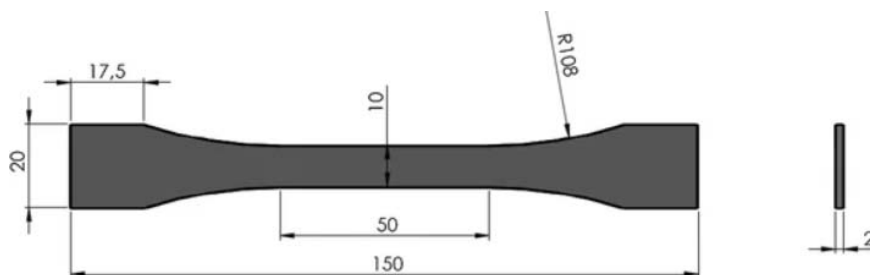


Figura 69 - Dimensões dos provetes maciços de adesivo pela norma NF T 76-142 [77]

Para se fabricar os provetes, recorreu-se ao molde presente no laboratório de ensaios mecânicos do Instituto Superior de Engenharia do Porto (ISEP), semelhante ao exibido na Figura 70.

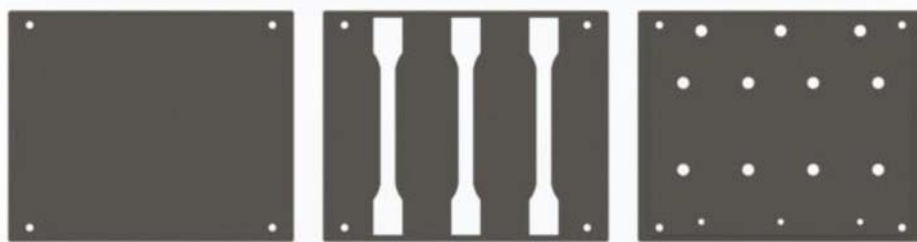


Figura 70 – Exemplo de molde para fabrico de provetes *bulk* [42]

A placa utilizada apresenta a vantagem de possibilitar o fabrico de seis provetes em simultâneo, como mostra a Figura 71, (na placa exibida na Figura 70, apenas seria possível produzir três), o que traz benefícios relativamente ao tempo de fabrico de uma determinada série de provetes e, ainda, oferece a possibilidade de fabricar provetes de duas formulações diferentes numa moldação apenas.



Figura 71 - Placa intermédia do molde utilizado [36]

As placas de fecho do molde foram retificadas, antes e após cromagem dura, com o intuito de endurecer as superfícies e incrementar a resistência ao desgaste por abrasão, porque vão ser sujeitas a limpeza com espátulas metálicas cada vez que se fabrica novos provetes. Além disso, a retificação irá melhorar a qualidade superficial dos provetes e, conseqüentemente, facilitar a sua desmoldação. Pode-se observar o efeito da retificação através da Figura 72.

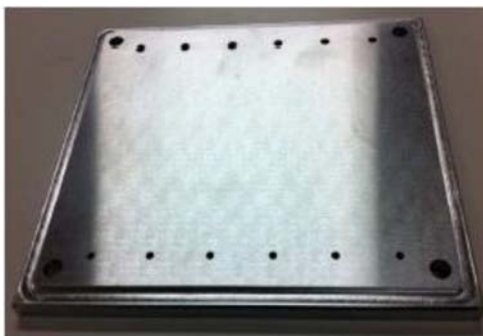


Figura 72 - Placa superior após cromagem dura e retificação [36]

3.3.1.1 Preparação do molde

Para evitar a danificação dos provetes *bulk* na desmoldagem foi necessário efetuar algumas ações de preparação do molde.

Primeiramente utilizou-se papel embebido com acetona, como processo passivo químico, de forma a conseguir que todas as superfícies em contacto com o adesivo, inclusivamente os orifícios e contornos da placa intermédia, estivessem devidamente desengorduradas e livres de impurezas, conforme mostrado na Figura 73, facilitando a posterior aderência do desmoldante [3].



Figura 73 - Limpeza da placa intermédia com acetona [36]

Após o desengorduramento das superfícies do molde, este foi colocado num forno, igual ao da Figura 74, a cerca de 80°C durante meia hora. Com este aquecimento o desmoldante Loctite Frekote® 770-NC irá aderir corretamente nas superfícies do molde e acelerar o processo de cura, conforme indicado na ficha técnica do produto.



Figura 74 - Forno utilizado para o aquecimento do molde [78]

O molde foi retirado do forno e, ainda com as placas do molde quentes, iniciou-se a aplicação do desmoldante nas superfícies que estarão em contacto com o adesivo, repetindo três vezes este passo, conforme exemplificado na Figura 75.



Figura 75 - Aplicação do desmoldante [36]

Finalmente, as placas constituintes do molde ficaram prontas para a aplicação do adesivo, como mostrado na Figura 76.



Figura 76 - Preparação do molde finalizada

3.3.1.2 Aplicação do adesivo/mistura

Para a preparação do adesivo e da mistura, foi utilizada uma balança digital, mostrada na Figura 77, para auxiliar na obtenção da razão mássica necessária para conseguir o adesivo conforme indicado na ficha técnica. Quando a mistura incluía o pó de cortiça expandida, era pesada a massa correspondente à percentagem definida e misturada com o endurecedor. A mistura era mexida energicamente de forma a ficar o mais homogénea possível e, de seguida, era adicionada a resina para produzir o adesivo modificado.



Figura 77 - Preparação do adesivo base

Em seguida, foi colocada a placa intermédia sobre a placa inferior do molde e fixada, por intermédio de quatro parafusos, de forma a evitar oscilações entre elas, como mostrado na Figura 78.



Figura 78 - Molde preparado para aplicação do adesivo

Como o adesivo Araldite® AV138 é fornecido em bruto, e além disso era necessário fazer a mistura com o pó de cortiça expandida, a aplicação deste tem de ser processada por moldação em molde aberto com recurso a uma espátula, conforme mostrado na Figura 79.

Existem adesivos que são fornecidos em bisnagas podendo ser realizada a sua aplicação por injeção através dos orifícios da placa superior do molde. É importante preencher com adesivo toda a cavidade do molde, excedendo os limites do mesmo de

forma a garantir o completo preenchimento da mesma e reduzir a probabilidade de defeitos internos que possam surgir. Além disso, após o preenchimento completo das cavidades, com o auxílio da espátula foi feita a compactação do adesivo para reduzir o aprisionamento de bolhas de ar no interior do provete, que podem provocar fragilidades e vazios após a cura.



Figura 79 – Aplicação da mistura no molde

Concluída a aplicação do adesivo e compactação do mesmo, foi colocada a placa superior e apertado o molde de forma a expulsar o excesso de resina e as bolhas de ar presas no interior da mistura, através dos orifícios da placa superior.

Com a colocação da placa superior, o excesso de mistura saiu pelos orifícios da mesma, como é possível verificar na Figura 80.



Figura 80 – Fecho do molde e o excesso de adesivo

O adesivo ficou a curar durante uma semana à temperatura ambiente para se poder proceder à abertura do molde. Para a abertura do molde, retirou-se cuidadosamente a placa superior, após desapertar os parafusos, para que não haja a possibilidade de nenhuma quebra dos provetes de adesivo devido à colagem acidental a essa placa.

Após o retirar da placa superior, ficam os provetes curados nas cavidades da placa intermédia, como apresentado na Figura 81.

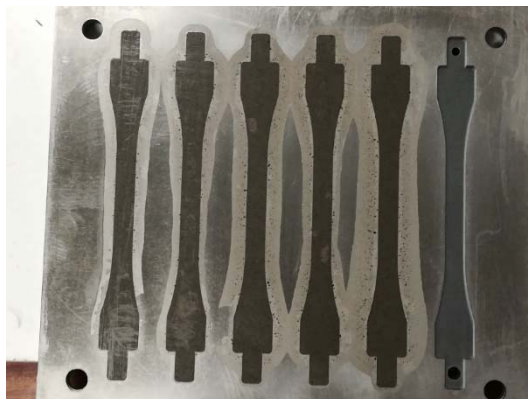


Figura 81 - Provetes na placa intermédia

O passo seguinte passou por retirar a placa intermédia, uma vez mais cuidadosamente devido à possibilidade de haver colagem dos provetes à placa inferior, e proceder ao desmolde dos provetes das cavidades.

Antes desta ação, foi verificada se a cura dos provetes *bulk* estava finalizada. Finalizada a cura, obtém-se provetes como os da Figura 82.



Figura 82 - Provetes bulk

Apesar de não ter sido feita, seria oportuna a colocação dos provetes numa bancada de luz artificial para inspecionar a existência de poros e vazios no interior do provete, conforme exemplificado na Figura 83.

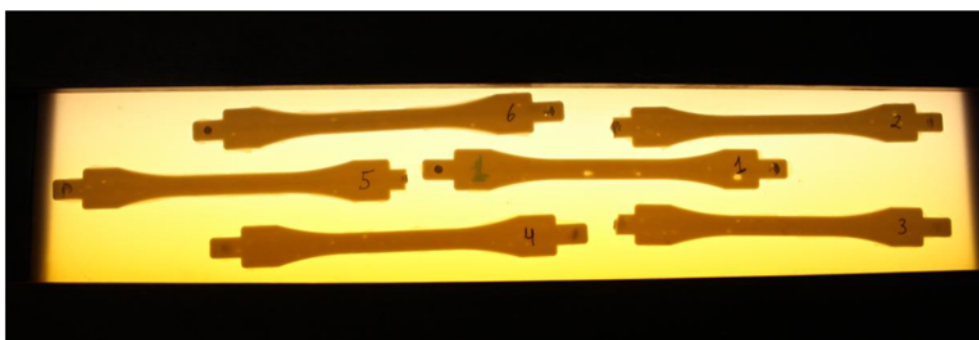


Figura 83 - Inspeção de vazios nos provetes *bulk* [31]

3.3.2 Ensaios de tração

3.3.2.1 Preparação e condições de ensaio

Os ensaios de tração de provetes *bulk* foram realizados na máquina universal de ensaios Shimadzu Autograph AG-X 100, versão *floor*, apresentada na Figura 84 (na versão *standard*), existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) do ISEP, auxiliada pelo *software* TRAPEZIUM X instalado num computador para controlo dos ensaios e registo de dados. Esta máquina está equipada com uma célula de carga de 100 kN, utilizada para a medição da força aplicada. A mesma máquina universal de ensaios foi utilizada para a realização dos restantes ensaios efetuados neste trabalho.



Figura 84 - Máquina universal de ensaios Shimadzu Autograph AG-X 100 [79]

Para se prender os provetes à máquina foram utilizadas amarras de cunha do mesmo fabricante do equipamento, o que garante a inexistência de escorregamentos durante o ensaio que podiam afetar a medição do deslocamento máximo real. Para medir as deformações dos provetes foi utilizado um extensómetro mecânico.

Relativamente aos provetes, estes foram devidamente identificados para facilitar o seu reconhecimento após a finalização dos ensaios. Para conferir a espessura e largura da zona útil de cada provete foi feita a medição com recurso a um paquímetro digital. Com isto pretendeu-se obter a área real da secção do provete previamente a cada ensaio.

Foram realizadas três medições de espessura e largura em cada provete, e calculada a média, de forma a obter um resultado mais próximo da realidade. Os valores obtidos são demonstrados na Tabela 6.

Tabela 6 - Dimensões dos provetes *bulk*

% aditivo	Proвете	Largura (mm)	Espessura (mm)	Área (mm ²)
0%	1	10,12	2,11	21,35
	2	10,07	2,12	21,35
	3	10,10	2,12	21,41
	4	10,08	2,11	21,27
	5	10,09	2,10	21,19
0,25%	1	10,12	2,09	21,15
	2	10,07	2,10	21,15
	3	10,10	2,10	21,10
	4	10,08	2,06	20,76
0,5%	1	10,10	2,10	21,21
	2	10,11	2,11	21,33
	3	10,09	2,10	21,19
	4	10,09	2,08	20,99
	5	10,10	2,08	21,01
1%	1	10,09	2,11	21,29
	2	10,07	2,08	20,95
	3	10,02	2,09	20,94
	4	10,03	2,11	21,16

É evidente, pela análise da tabela, que não existe o mesmo número de provetes para todas as condições testadas, e isso deveu-se à existência de bolhas de ar em alguns provetes que provocaram a sua quebra no momento da extração da placa intermédia

do molde. A Figura 85 mostra um dos provetes quebrados e a presença de falhas de material no corpo.



Figura 85 - Provette quebrado na extração do molde

Outra ilação tirada pela análise da tabela é a estabilidade dimensional dos provetes, o que mostra a adequabilidade do processo de fabrico do molde, que permitiu obter provetes com elevado rigor dimensional.

De seguida, procedeu-se ao ensaio dos provetes. Começou-se por calibrar o equipamento de modo a igualar a zero o valor do deslocamento. Foram utilizadas amarras de cunha para acoplar os provetes à máquina, devidamente apertadas, de maneira a que não houvesse escorregamentos. Além da fixação, as amarras também tiveram a função de garantir que a rotura se desse na zona útil dos provetes. O *setup* do ensaio de tração é ilustrado na Figura 86. Colocou-se ainda o extensómetro mecânico na região de secção constante dos provetes de forma a obter a deformação longitudinal. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente a uma velocidade de 1 mm min^{-1} até que ocorresse a rotura dos provetes.



Figura 86 - Setup do ensaio de tração

3.3.2.2 Medição das deformações

Para a medição das deformações longitudinais, recorreu-se ao extensómetro mecânico presente no LEM do ISEP, apresentado na Figura 87, com um comprimento base, l_e , de 50 mm. Colocou-se o extensómetro na região de secção constante do provete de forma mais centrada possível, como demonstra a Figura 88. A principal desvantagem deste extensómetro é o facto de ser necessário removê-lo antes que o provete atinja o seu limite elástico, para que não haja danos no provete nem no equipamento de medição.



Figura 87 - Extensómetro mecânico

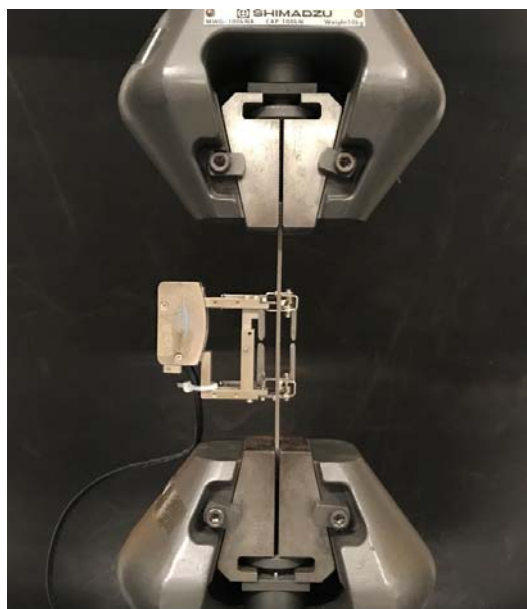


Figura 88 - Aplicação do extensómetro

3.3.3 Resultados obtidos

3.3.3.1 Curvas $P-\delta$ e $\sigma-\epsilon$

Durante o decorrer do ensaio de cada provete, o *software* da máquina de ensaios originou os valores correspondentes de P e δ , produzindo ao mesmo tempo as curvas $P-\delta$. A Figura 89 mostra as curvas $P-\delta$ de cada condição ensaiada.

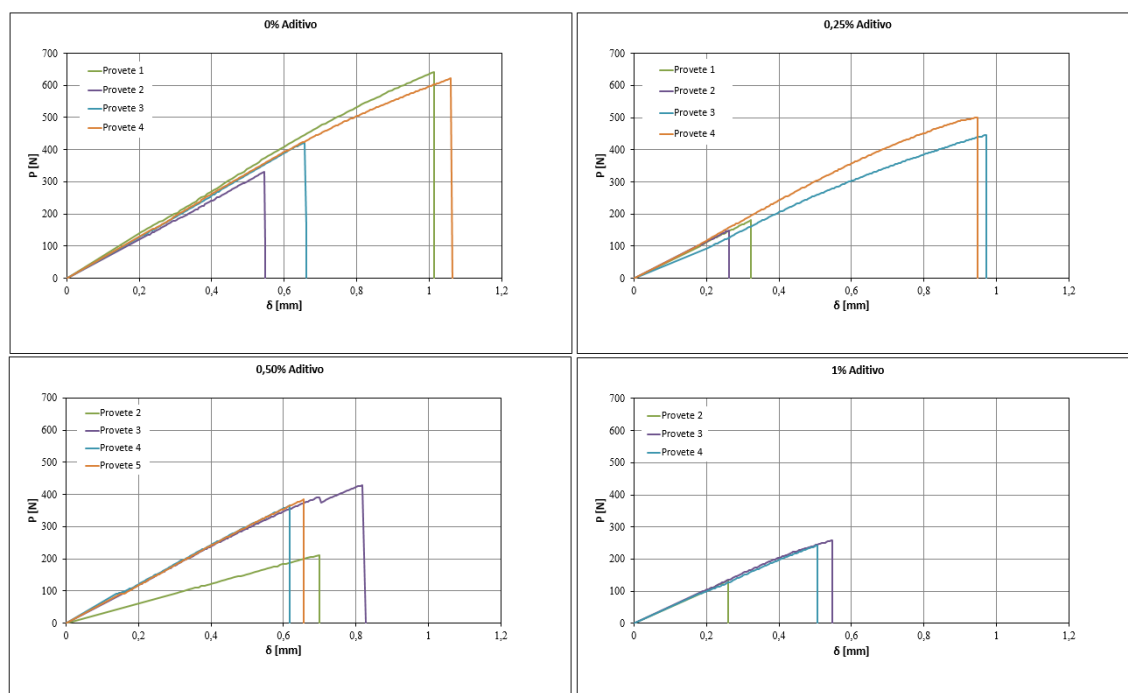


Figura 89 - Curvas $P-\delta$ de provetes *bulk*

Da análise dos gráficos salientam-se os comportamentos díspares dentro de cada condição ensaiada, cujas causas serão analisadas no capítulo 3.7.

Além disso, houve provetes, como o nº 5 da condição de adesivo sem aditivo, e os provetes nº 1 da condição com 0,5% e 1% de pó de cortiça expandida, que romperam com valores inúteis para análise, uma vez que partiram devido a vazios na zona das amarras, daí não estarem representados.

Outra conclusão retirada é a diminuição de ductilidade com o incremento de aditivo e a diminuição da força máxima suportada. Para uma visualização mais fácil desta conclusão, a Figura 90 apresenta o gráfico com as curvas $P-\delta$ representativas de cada condição.

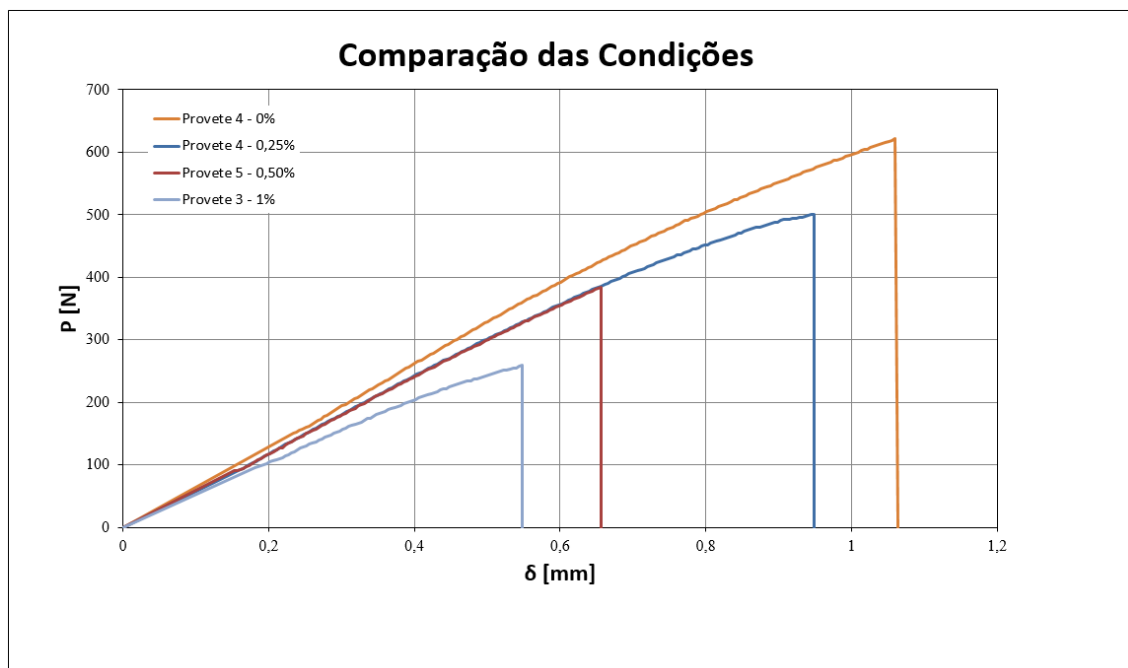


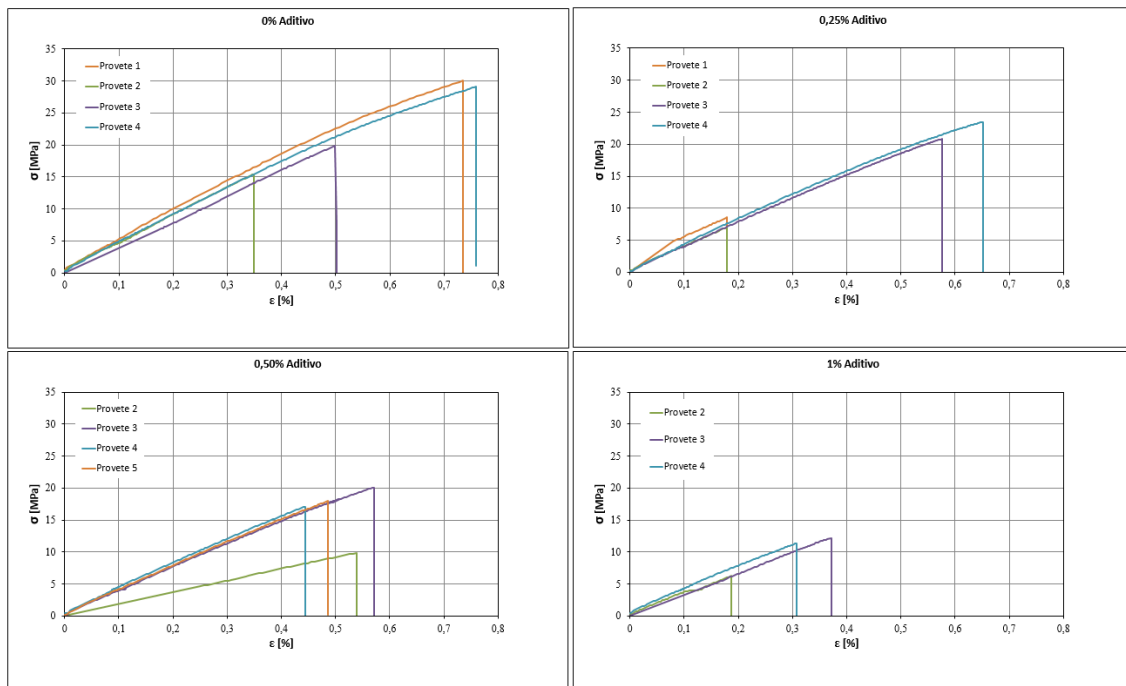
Figura 90 - Curvas P - δ de provetes *bulk* - Comparação das condições

Foram escolhidas as curvas mais consistentes de cada condição e é notória a linearidade entre o aumento da concentração do aditivo e a diminuição da força máxima suportada e a maior fragilidade na fratura. Isto pode-se dever à diminuição da área de adesivo que suporta o esforço visto que, com o aumento mássico do pó de cortiça, este também estará a suportar o esforço ou, possivelmente, a fazer a função de vazio no esforço de tração, diminuindo, desta forma, a área real de suporte de carga.

Depois de obter as curvas P - δ , o tratamento de dados, via Excel, permite calcular ϵ_r , σ_y , σ_r e o módulo de Young. Primeiramente, construíram-se as curvas σ - ϵ para cada condição, como mostra a Figura 91. O valor de σ foi calculado a partir do quociente entre P e a área da secção inicial de cada provete.

A tendência verificada nas curvas P - δ mantém-se nas curvas σ - ϵ . No entanto, neste caso, os dados serão analisados no capítulo 3.7. para verificar o modo de rotura de cada provete e a inclusão de vazios existentes que possam ter afetado a área real da secção que está a ser solicitada.

Na determinação de E seguiu-se a norma EN ISO 527-2. Para o cálculo desta propriedade, selecionaram-se na curva σ - ϵ dois valores de σ correspondentes a ϵ de 0,05% e 0,25% e, posteriormente, utilizou-se a equação 2.1. Deste modo, o valor de E obtido corresponde ao declive da reta tangente à zona elástica da curva σ - ϵ .

Figura 91 - Curvas σ - ϵ de provetes bulk

3.3.3.2 Rotura dos provetes bulk

De forma a compreender melhor os resultados obtidos, tiraram-se fotografias às superfícies de rotura dos provetes, como mostra a Figura 92. Em alguns provetes observaram-se defeitos, conhecidos como “bolhas de ar” ou vazios, que prejudicaram os resultados obtidos. Estes defeitos promoveram a redução da área resistente e, deste modo, a diminuição da resistência ao esforço de tração dos provetes, o que implicou a obtenção de uma rotura prematura nessa zona. Outra conclusão a retirar da recolha de imagens feita é a zona onde o provete rompe porque, se não for na região calibrada, os valores retirados não são válidos.

Na Figura 92 mostram-se, como exemplo, os provetes *bulk* da condição que contém 0,5% de pó de cortiça expandida.

Figura 92 - Provetes *bulk* após ensaio

A Figura 93 exibe um defeito no provete que provocou a quebra prematura do mesmo.



Figura 93 - Defeito no provete *bulk*

Na Tabela 7 apresenta-se o resumo dos defeitos encontrados nos provetes.

Tabela 7 - Resumo dos provetes *bulk* com defeito

% aditivo	Provete	Tipo de defeito
0%	1	Bolha de ar
	2	Bolha de ar
	5	Partiu fora da zona útil
0,25%	1	Bolha de ar
	2	Bolha de ar
0,5%	1	Partiu fora da zona útil
	2	Bolha de ar
1%	1	Partiu fora da zona útil
	2	Bolha de ar

3.3.3.3 Propriedades mecânicas à tração

Após o tratamento dos dados, das curvas $P-\delta$ e $\sigma-\epsilon$, tabelaram-se as propriedades mais importantes para a caracterização da mistura, exibidas na Tabela 8.

Tabela 8 - Propriedades mecânicas do adesivo/mistura

% aditivo	Provete	$P_{\text{máx}}$ [N]	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	$\sigma_{\text{máx}}$ [MPa]	$\epsilon_{\text{máx}}$ [%]	E [MPa]
0%	1	641,9	1,01	30,06	0,735	4618,2
	2	329,8	0,55	15,45	0,324	4239
	3	423,3	0,66	19,82	0,501	4148,8
	4	621,2	1,06	29,09	0,759	4137,2
	Média	504,1	0,82	23,61	0,580	4330,8
	Desvio Padrão	152,3	0,26	7,13	0,207	203,6
0,25%	1	181,1	0,32	8,56	0,180	4189,1
	2	149,4	0,26	6,99	0,179	3643,6
	3	445,6	0,97	20,87	0,576	3768,5
	4	501,4	0,95	23,48	0,651	4218,8
	Média	319,4	0,63	14,98	0,397	3955,0
	Desvio Padrão	179,9	0,39	8,40	0,252	292,2
0,5%	2	211,3	0,70	9,90	0,539	1888,5
	3	429,4	0,88	20,11	0,570	3680,9
	4	365,8	0,62	17,13	0,444	3878,1
	5	384,3	0,66	18,00	0,486	3769,0
	Média	347,7	0,70	16,28	0,510	3304,1
	Desvio Padrão	94,8	0,09	4,44	0,056	947,20

1%	2	133,8	0,26	6,27	0,188	3220,7
	3	259,0	0,55	12,13	0,372	3429,8
	4	243,0	0,51	11,38	0,307	3726,2
	Média	211,9	0,44	9,92	0,289	3458,9
	Desvio Padrão	68,1	0,15	3,19	0,093	254,0

Todos os valores indicados são considerados válidos, todavia serão trabalhados no capítulo 3.7. devido aos defeitos detetados que influenciam a veracidade dos resultados.

3.4 Ensaios mecânicos ao corte

3.4.1 Fabrico dos provetes

Para a determinação das propriedades ao corte da mistura, recorreu-se ao ensaio TAST. Neste capítulo serão descritos todos os passos para se fabricar os provetes para a experiência.

3.4.1.1 Provetes TAST

Foram utilizados provetes com as dimensões teóricas normalizadas pela ISO 11003-2, conforme exibido na Figura 94.

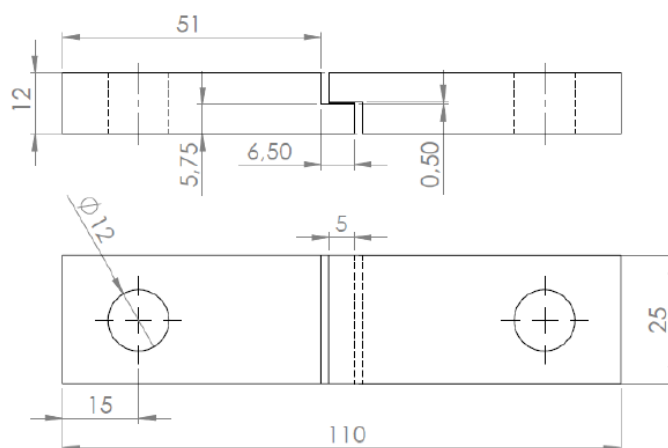


Figura 94 - Provetes TAST segundo a norma ISO 11003-2 [42]

Os provetes TAST são formados por dois substratos com furos de carregamento e uma camada adesiva que vai proporcionar a união entre estes. Os substratos utilizados são

reutilizáveis, pelo que foi necessário tomar alguns cuidados descritos com mais pormenor no capítulo 3.4.1.2..

3.4.1.2 *Preparação do gabarit e substratos*

Para se proceder ao processo de colagem dos substratos houve a necessidade de preparar as superfícies que estariam em contacto com o adesivo. Este processo tem como objetivo uma melhor adesão. É necessário remover todas as sujidades como poeiras, óleos ou óxidos que se possam encontrar nas superfícies do molde ou *gabarit*. Para o efeito efetuou-se uma limpeza manual com uma lixa, seguindo-se uma limpeza com papel embebido em acetona, de forma a desengordurar todas as superfícies.

Utilizaram-se lâminas obtidas a partir de chapa de Teflon® com 1 mm de espessura, sendo estas utilizadas como calços para se garantir a mesma área de sobreposição em todos os provetes. Após a limpeza da superfície, colocou-se o *gabarit* no forno, exibido na Figura 74, a cerca de 60°C, durante 20 min.

Seguidamente, retirou-se todo o conjunto do *gabarit* do forno e procedeu-se à aplicação do desmoldante Loctite® Frekote® 770-NC em todas as superfícies, conforme ilustrado pela Figura 95.



Figura 95 - Aplicação de desmoldante [42]

Após a finalização da aplicação do desmoldante, o *gabarit* encontrou-se apto para a colocação dos substratos e a respetiva colagem.

De forma a se aperfeiçoar a ligação interfacial dos provetes, foram efetuadas algumas etapas de preparação das superfícies que iriam estar em contacto com a mistura. Como já foi anteriormente mencionado, durante a preparação dos provetes para o ensaio TAST utilizam-se lâminas de Teflon® para evitar a adesão do adesivo a outras superfícies dos substratos que não as desejadas.

Entretanto, iniciou-se a preparação dos substratos e recorreu-se à granalhagem das superfícies de ligação, como processo passivo mecânico, de forma a garantir uma boa

adesão. Este processo visa que o adesivo seja o ponto mais fraco para assim se poder testar a resistência coesiva do adesivo, em vez da resistência da sua interface com os substratos.

Foi utilizada a granalhadora CIDBLAST, modelo RT6S, existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) do ISEP, mostrada na Figura 107. A pressão de granalhagem utilizada foi de 3 bar, mantendo-se constante em outras preparações (provetes DCB e ENF).

Esta operação foi realizada a seco com óxido de alumínio, que é um produto abrasivo com elevado poder de limpeza, grande dureza e elevada tenacidade. O processo consiste na projeção do óxido de alumínio sobre a superfície dos substratos por intermédio de uma pistola a alta pressão, provocando um desgaste uniforme no substrato. Seguidamente, o substrato é limpo com o auxílio de um jato de ar comprimido.

Após a granalhagem, as superfícies apresentavam uma rugosidade uniforme, permitindo uma boa molhagem. Limpa-se os substratos com acetona de forma a ficarem isentos de pó e desgordurados, prontos para a aplicação do adesivo, como mostra a Figura 96.



Figura 96 - Substratos preparados para adesão [31]

3.4.1.3 Colagem e cura dos provetes

Os substratos foram colocados no *gabarit*, que garante o alinhamento preciso dos aderentes, juntamente com a lâmina de polímero, que garante o controlo do comprimento da ligação em todos os provetes, tendo sido preparadas cinco amostras para cada condição de ensaio. A Figura 97 mostra, de forma pictórica, as etapas da preparação.



Figura 97 - Etapas da preparação dos provetes TAST

Após a colagem dos provetes, fechou-se o molde, através das réguas que limitam o comprimento, e aplicou-se uma pequena pressão manual de modo a uniformizar a camada adesiva dos provetes.

Como na preparação dos provetes *bulk*, a cura dos provetes realizou-se à temperatura ambiente num período de uma semana.

3.4.1.4 Preparação para ensaio

Finalizada a cura dos provetes, foi necessária a sua preparação para os ensaios. Retiraram-se cuidadosamente os provetes do molde e a lâmina de polímero de forma a não danificar a camada adesiva.

De seguida, o excesso de adesivo foi removido com recurso a uma furadora vertical e a uma mó abrasiva. A Figura 98 apresenta o aspeto final de um conjunto de provetes para o ensaio TAST.



Figura 98 - Provetes TAST após a preparação

3.4.2 Realização dos ensaios ao corte

3.4.2.1 Preparação e condições do ensaio

Foram efetuadas medições das espessuras dos substratos na zona de sobreposição, o que permitiu determinar w (espessura de adesivo) pela diferença da espessura do provete colado na zona de sobreposição e da espessura de cada substrato antes da colagem na mesma zona. Os valores de w são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Dimensões dos provetes TAST

% aditivo	Provete	w [mm]
0%	1	0,66
	2	0,44
	3	0,51
	4	0,45
	5	0,45
0,25%	1	0,49
	2	0,56
	3	0,71
	4	0,48
	5	0,58
0,5%	1	0,59
	2	0,47
	3	0,69
	4	0,44
	5	0,54
1%	1	0,59
	2	0,49
	3	0,68
	4	0,56
	5	0,65

A área de colagem de todos os provetes tinha um valor teórico de 125 mm^2 , que foi utilizado nos cálculos subsequentes quando necessário.

Os ensaios TAST foram realizados na mesma máquina de ensaios utilizada nos provetes *bulk*. Foi imperativo um *setup* diferente, devido à geometria dos provetes, utilizando amarras específicas e pinos de fixação apropriados ao mesmo, conforme mostrado na Figura 1Figura 99.



Figura 99 - *Setup* para o ensaio TAST (a); pormenor de fixação do extensómetro (b) [31]

Após a colocação do provete, foi, finalmente, colocado o extensómetro centrado no provete a ensaiar.

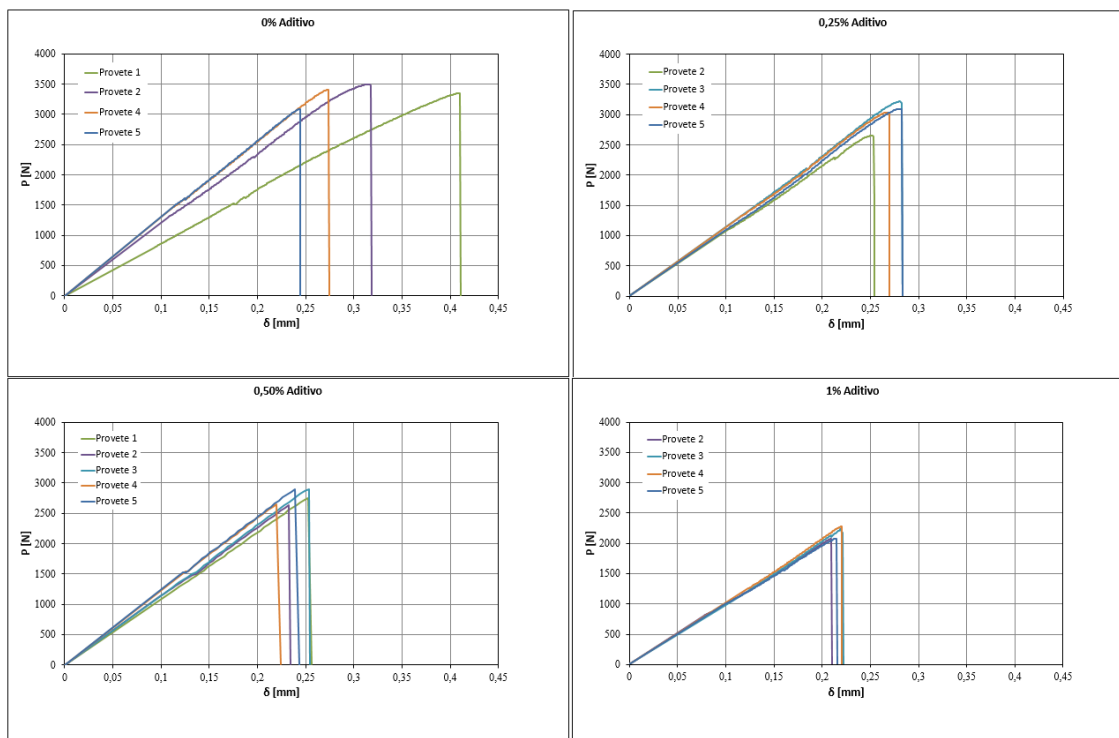
3.4.2.2 Medição das deformações

Recorreu-se novamente ao extensómetro mecânico, como mostra a Figura 99, utilizado nos ensaios de provetes *bulk*, para a medição das deformações longitudinais. Durante o ensaio não foi necessário remover o extensómetro.

3.4.3 Resultados obtidos

3.4.3.1 Curvas P - δ e τ - γ

Durante o ensaio TAST, o *software* gerou os valores de P e δ , representando-os em forma de curvas P - δ para cada condição de ensaio, conforme exibido na Figura 100.

Figura 100 - Curvas P - δ dos provetes TAST

Na análise aos gráficos é evidente a similaridade dentro de cada condição. Quanto à força máxima atingida, observa-se apenas uma pequena discrepância quanto à deformação na condição que não contém pó de cortiça expandida.

Comparando as condições, a força e deformação máximas diminuem consoante o aumento da percentagem de aditivo que a mistura contém, à imagem do que se verificou nos provetes *bulk*. Pela observação do gráfico também ressalta o facto de todas as condições não conter os cinco provetes ensaiados, visto que alguns foram anulados por falhas no ensaio.

A Figura 101 apresenta o gráfico com as curvas P - δ representativas de cada condição.

Da mesma forma que no ensaio à tração, o ensaio TAST revelou que o incremento de pó de cortiça expandida não melhorou as propriedades do adesivo base. A ductilidade do mesmo diminuiu e a força máxima suportada também é menor. De ressaltar, uma vez mais, a linearidade existente entre o incremento de aditivo e a diminuição do valor das propriedades estudadas.

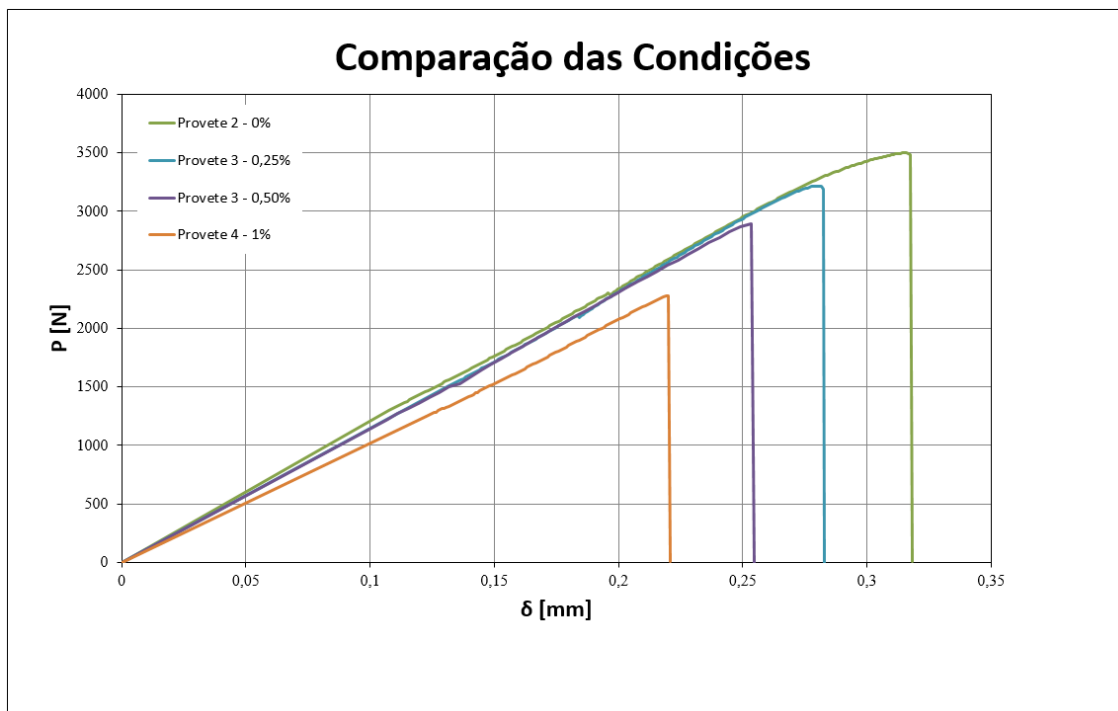


Figura 101 – Curvas P- δ dos provetes TAST – Comparação das condições

Em seguida, foram calculadas as propriedades para a caracterização da mistura adesiva: G , τ_r , γ_r e τ_y . Para determinare τ foi necessário recorrer à equação 2.2 e para calcular γ foi feita a divisão de δ e w . Na Figura 102 estão representadas as curvas τ - γ .

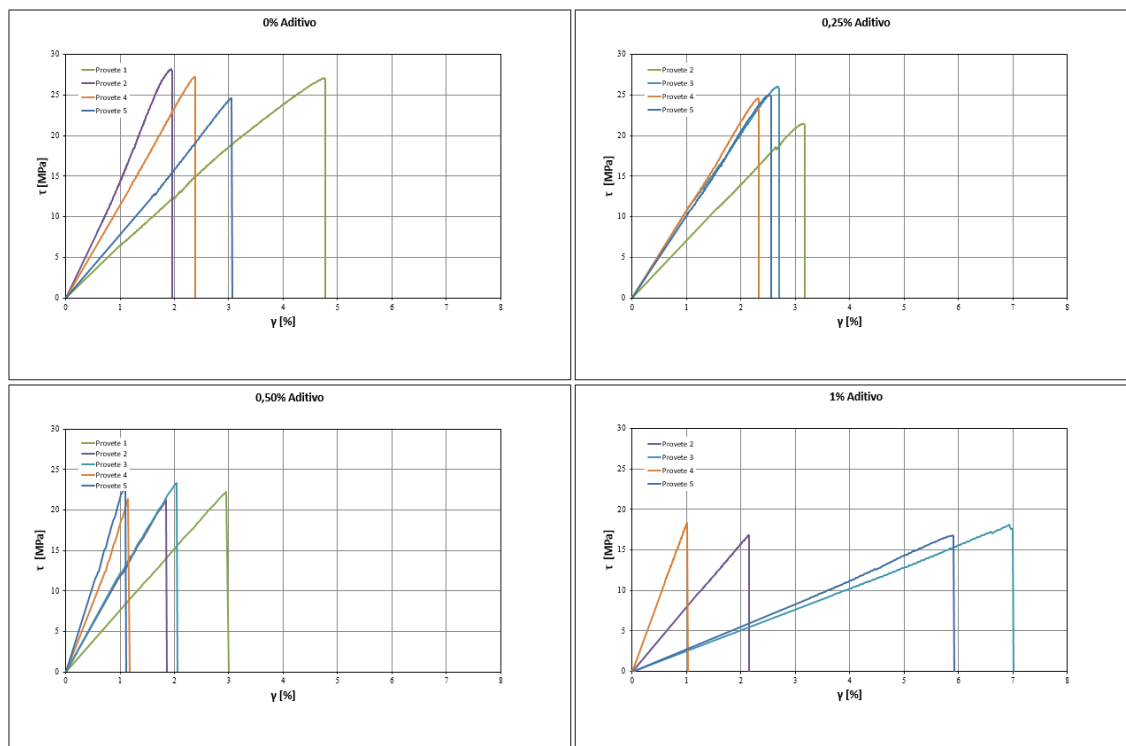


Figura 102 - Curvas τ - γ dos provetes TAST

Como era expectável, as tensões de rotura, dentro de cada condição, mostram repetibilidade, até porque as áreas são muito idênticas. No entanto, como os valores de w eram bastante diferentes isso reflete-se na percentagem de deformação existente no adesivo, que revela valores altos para condições que revelaram fraca ductilidade nas curvas $P-\delta$. Na análise das curvas não é possível estabelecer nenhuma relação quanto ao valor de γ até porque não existe repetibilidade nos valores encontrados dentro da mesma condição à exceção de três provetes na condição que sem aditivo e na condição com 0,25%.

Outra conclusão importante é o facto de não haver patamar de cedência plástica, logo assume-se que τ_r é igual a τ_y .

Para o cálculo de G , seguindo o normalizado, definiram-se dois pontos de τ correspondentes a γ de 0,05% a 0,25% e utilizou-se a seguinte equação:

$$G = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3.1)$$

O valor de G correspondeu ao declive da reta tangente à zona elástica da curva $\tau-\gamma$, como ilustrado na Figura 103.

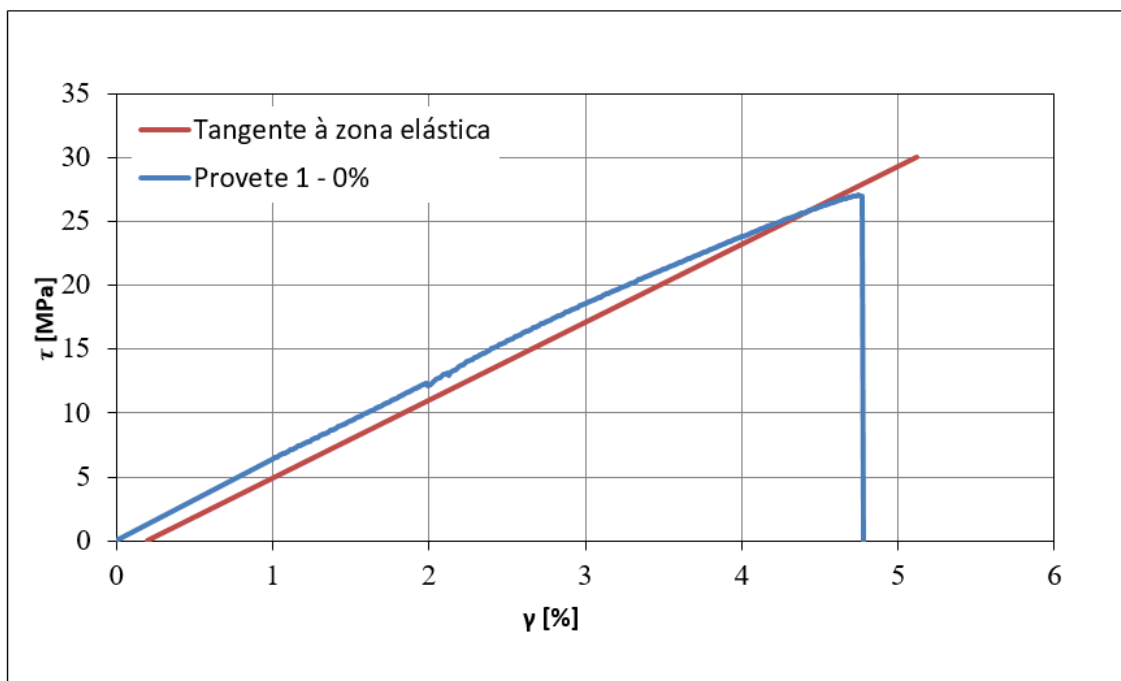


Figura 103 - Curva $\tau-\gamma$ do provete 1 da condição sem aditivo com reta tangente à zona elástica

3.4.3.2 Rotura dos provetes TAST

As roturas dos provetes TAST foram todas coesivas, o que revelou a preparação correta das superfícies, através da granalhagem dos substratos.

Na Figura 104 pode-se verificar o estado dos provetes de uma condição ensaiada, após rotura, confirmando a presença de adesivo nos dois substratos constituintes do provete.



Figura 104 - Provetes TAST após ensaio

No entanto, é possível verificar que houve uma rotura heterogênea havendo zonas do substrato que ficaram com filmes finos de mistura.

3.4.3.3 Propriedades mecânicas ao corte

A Tabela 10 apresenta, de forma sumária, os valores das propriedades que caracterizam a mistura, apresentando os valores médios e desvio padrão para cada uma das condições testadas.

Tabela 10 - Propriedades mecânicas obtidas a partir do ensaio TAST

% aditivo	Proвете	$P_{\text{máx}}$ [N]	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	$\tau_{\text{máx}}$ [MPa]	$\gamma_{\text{máx}}$ [%]	G [MPa]
0%	1	3348,6	0,41	27,04	4,779	612
	2	3500,2	0,27	28,14	1,956	1410
	4	3405,7	0,27	27,20	2,386	1115
	5	3087,4	0,24	24,60	3,065	785
	Média	3335,5	0,30	26,74	0,580	981
	Desvio Padrão	176,8	0,07	1,51	0,207	354

0,25%	2	2655,9	0,25	21,44	3,183	710
	3	3218,4	0,28	25,99	2,703	1068
	4	3037,9	0,27	24,53	2,336	1075
	5	3087,4	0,28	24,98	2,557	1010
	Média	2999,9	0,27	24,23	2,695	966
	Desvio Padrão	241,6	0,01	1,96	0,359	173
0,5%	1	2756,1	0,26	22,25	2,995	770
	2	2627,4	0,23	21,21	1,859	1195
	3	2895,4	0,25	23,38	2,056	1200
	4	2652,1	0,22	21,41	1,174	1680
	5	2895,5	0,24	23,38	1,115	2040
	Média	2765,3	0,24	22,33	1,840	1377
1%	Desvio Padrão	128,2	0,01	1,04	0,766	491,0
	2	2082,2	0,21	16,81	2,156	790
	3	2238,4	0,22	18,07	7,022	255
	4	2275,5	0,22	18,37	1,021	1850
	5	2075,6	0,22	16,76	5,927	275
	Média	2167,9	0,22	9,92	4,032	793
	Desvio Padrão	104,0	0,01	3,19	2,893	747

Pela análise da tabela verifica-se a fraca repetibilidade no cálculo de G e γ , à exceção da condição que contém uma razão mássica de 0,25% de pó de cortiça expandida na

mistura adesiva. No entanto, confirma-se a boa repetibilidade dos resultados encontrados nas curvas $P-\delta$.

No capítulo 3.7 serão estudados estes valores.

3.5 Ensaios de fratura à tração

3.5.1 Fabrico dos provetes

Neste capítulo descrevem-se todas as etapas necessárias para o fabrico dos provetes DCB na obtenção das propriedades de fratura à tração. Começa-se por indicar as dimensões e geometria dos provetes DCB, explica-se o modo de preparação dos provetes, o processo de colagem e cura dos provetes e ainda se descrevem as etapas de preparação dos provetes para o ensaio a realizar.

3.5.1.1 Provetes DCB

O trabalho experimental para a determinação das propriedades de fratura à tração do adesivo começou pelo fabrico dos provetes DCB com a configuração da Figura 105. Esta configuração, com dobradiças em aço inoxidável, foi escolhida por ser mais adaptável às amarras da máquina de ensaios e também devido à reduzida espessura dos substratos. Optou-se por fabricar três provetes DCB, por cada condição de aditivo, com as dimensões da Figura 106. De referir que o valor de a_0 apresentado é o valor teórico. Após o fabrico dos provetes, este valor foi medido individualmente e será apresentado posteriormente. Os provetes foram fabricados a partir de substratos de uma liga de alumínio AISI 6082-T651.

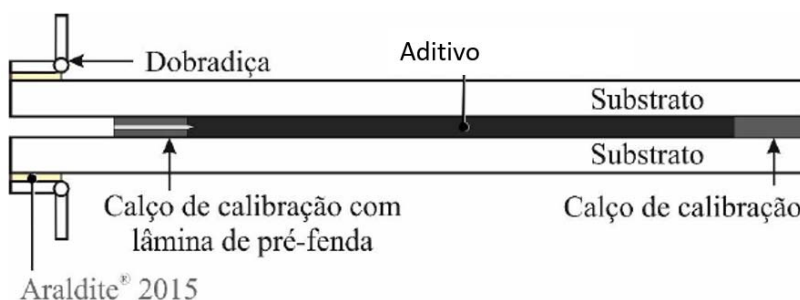


Figura 105 - Configuração dos provetes DCB utilizados (adaptado de [42])

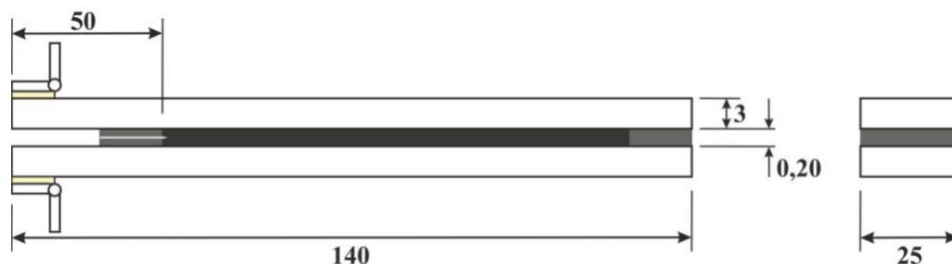


Figura 106 - Dimensões dos provetes DCB (em mm) (adaptado de [42])

3.5.1.2 Preparação dos provetes

Para a preparação dos provetes DCB, começou-se por cortar os substratos. Os substratos utilizados nos provetes foram obtidos de chapas de 3 mm de espessura, adquiridas em tiras de 25 mm de largura. Cortaram-se vinte e quatro tiras com 140 mm de comprimento, utilizando o serrote circular disponível nas Oficinas Mecânicas do ISEP. De seguida, procedeu-se à abrasão como processo passivo mecânico das superfícies a ligar com recurso à granalhagem, onde ambas as superfícies do substrato foram granalhadas para evitar o empenamento das mesmas, com recurso à granalhadora mostrada na Figura 107.



Figura 107 - Granalhadora CIDBLAST RT6S

Obtiveram-se os substratos com a aparência ilustrada na Figura 108.

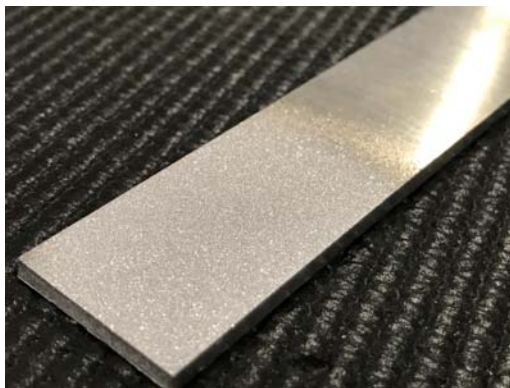


Figura 108 - Substrato após granalhagem

Foi necessária a utilização de calços calibrados em dois locais distintos do provete de forma a garantir a espessura constante da camada adesiva e também a criação da pré-fenda. Em cada provete utilizou-se um calço de calibração constituído por uma fita de aço de 0,20 mm de espessura, e outro calço formado por duas fitas de aço com 0,05 mm em ambos os lados de uma lâmina de barbear de 0,10 mm de espessura. Este último calço tem a função de garantir a espessura do adesivo e simular o efeito de um defeito inicial para posterior formação de uma pré-fenda. Na Figura 109 e Figura 110 estão representados com mais detalhe os calços utilizados.

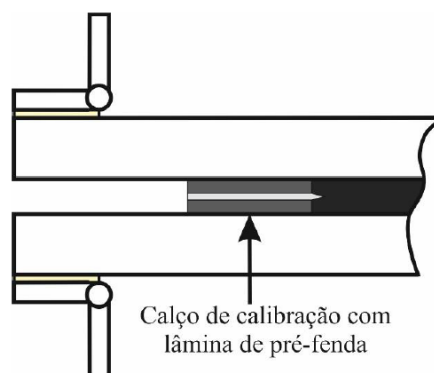


Figura 109 - Pormenor de fitas de aço com lâmina para garantir a espessura do adesivo desejada e simular a pré-fenda [42]

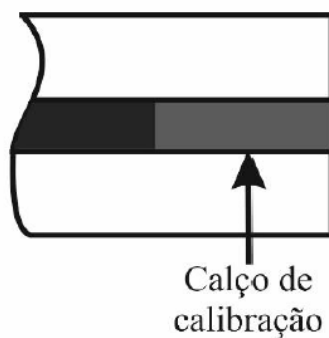


Figura 110 - Pormenor de calço para garantir a espessura do adesivo desejado [42]

Para o fabrico dos calços, procedeu-se à limpeza e desgorduramento das lâminas e fitas de aço, recorrendo a um papel embebido em acetona. Para fabricar o calço de calibração com lâmina de pré-fenda, utilizou-se um adesivo estrutural cianoacrilato Loctite® Super Cola 3 (Figura 111) a fim de colar as duas fitas de aço à respetiva lâmina de barbear, com aplicação por pincel.



Figura 111 - Loctite® Super Cola 3 [80]

Posteriormente, desgorduraram-se as superfícies de ambos os calços e estes foram aquecidos no forno a uma temperatura de 40°C durante 15 min. Este aquecimento vai facilitar a adesão do desmoldante na etapa seguinte. Aplicaram-se três camadas de desmoldante Loctite® Frekote® 770- NC em cada face dos calços de modo a facilitar a remoção destes quando o adesivo estiver completamente curado.

De seguida, recorreu-se novamente ao Loctite® Super Cola 3 para a colagem dos calços em apenas um dos substratos de cada provete, de modo a evitar que estes se deslocassem durante a aplicação do adesivo e colagem do provete. Devido à anterior aplicação do desmoldante nos calços, este procedimento ajuda à sua imobilização durante o fabrico dos provetes, mas sem impedir a sua fácil remoção após a cura do adesivo. Colocaram-se os doze substratos ao longo de uma ripa de madeira para posterior aplicação do adesivo, como demonstrado na Figura 112.



Figura 112 - Substrato inferior com calços

3.5.1.3 Colagem e cura dos provetes

Após estar concluída a etapa da colocação de todos os calços nos substratos, iniciou-se a aplicação do adesivo nas superfícies a colar. Colocaram-se pequenas folhas de Teflon® entre os substratos e a superfície da ripa de madeira de modo a evitar a adesão dos excedentários do adesivo. Utilizou-se novamente a espátula como recurso à aplicação do adesivo (Figura 113). Foi depositada quantidade de adesivo suficiente para garantir que toda a área de colagem fosse preenchida (Figura 114).



Figura 113 - Aplicação manual do adesivo

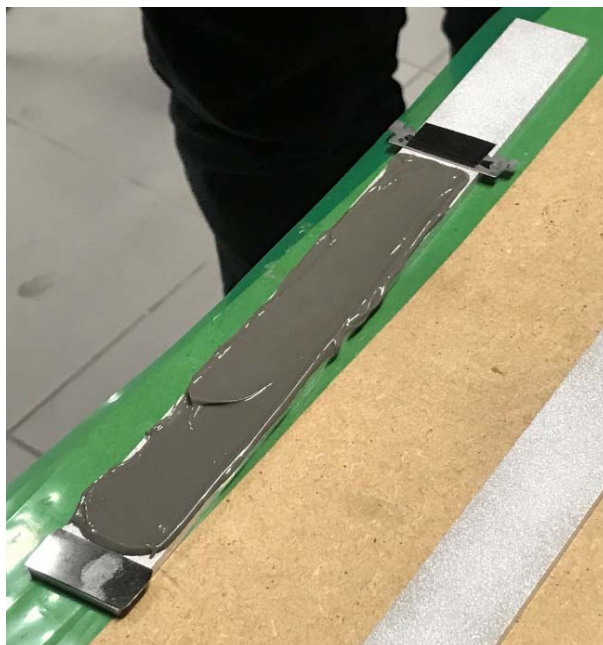


Figura 114 - Substrato DCB após aplicação do adesivo

Colocou-se o substrato superior e aplicou-se uma pequena pressão manual na zona dos calços para garantir que o adesivo se espalhasse em toda a zona de colagem e que o excesso pudesse ser expelido.

De seguida, alinharam-se os substratos e verificou-se se o adesivo se encontrava perfeitamente distribuído sem que se sobrepusesse aos calços colados na extremidade do provete, garantindo assim a espessura constante da camada adesiva. Após estes cuidados, finalizou-se esta etapa de fabrico com a aplicação de grampos na zona dos calços (dois em cada provete), como ilustrado na Figura 115. A cura deu-se à temperatura ambiente durante uma semana.



Figura 115 - Provete DCB com grampos

3.5.1.4 *Preparação para ensaio*

Antes de iniciar os ensaios, foi necessário realizar algumas operações de modo a preparar convenientemente todos os provetes DCB. O primeiro passo consistiu na remoção dos grampos dos provetes, seguido da extração de todos os calços com recurso a um alicate. Depois, como os provetes apresentavam excessos de adesivo, foi necessário proceder à sua remoção. Os excessos foram removidos através da abrasão rotativa de uma furadora vertical equipada com uma mó em pedra a 1200 rpm, como ilustrado pela Figura 116. Obteve-se assim uma superfície lisa na qual o adesivo ficaria à face dos substratos.



Figura 116 - Abrasão dos excessos laterais do provete DCB [38]

Já com as faces laterais do provete preparadas, procedeu-se à pintura de uma camada de um verniz frágil ao longo da camada do adesivo para facilitar a monitorização de α . Utilizou-se tinta corretora por ter a cor branca e deste modo fazer mais contraste com a fenda. Após a cura do verniz, propagou-se manualmente a pré-fenda com recurso a uma chave de fendas para garantir a iniciação suave do dano que eventualmente poderia ocorrer devido a algum arredondamento na extremidade da lâmina de barbear. Depois da aplicação da tinta corretora nas faces laterais e da propagação da pré-fenda, colocou-se a escala no substrato superior com o adesivo Loctite® Super Cola 3 como ilustrado na Figura 117. A escala deve estar perfeitamente alinhada e afastada minimamente da camada de adesivo, para que não dificulte a propagação da fenda, nem a visualização da mesma, durante a realização do ensaio. Para efeitos do posicionamento da escala considerou-se para cada provete DCB que o valor de 0 mm coincidia com a ponta da pré-fenda.

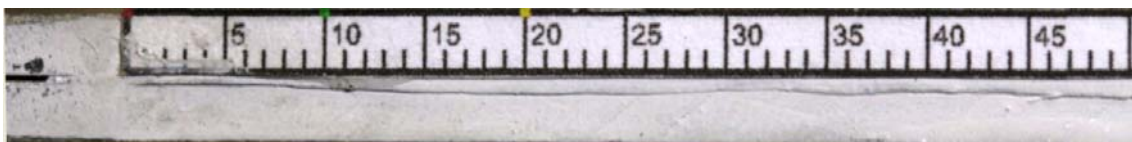


Figura 117 - Provete DCB após aplicação da tinta corretora e escala

De seguida, cortaram-se as dobradiças para cada provete com recurso a uma serra manual. Foram necessárias duas dobradiças com 25 mm de comprimento para cada provete, resultando assim num total de vinte e quatro dobradiças. Desengorduraram-se as superfícies do provete e das dobradiças com acetona para a aplicação de um adesivo. O adesivo selecionado, o Araldite® 2015, foi aplicado com recurso a uma pistola manual na extremidade que contém a fenda dos provetes, para aplicação da solicitação durante o ensaio. De modo a ser mais fácil a colagem das dobradiças nas superfícies dos provetes, estas foram desmontadas pelo seu eixo de dobragem e montadas a seguir à cura do adesivo. A Figura 118 demonstra o exemplo de um

provete DCB antes da aplicação das dobradiças. Reunidas todas estas operações, os provetes ficaram preparados para se proceder à realização do ensaio.

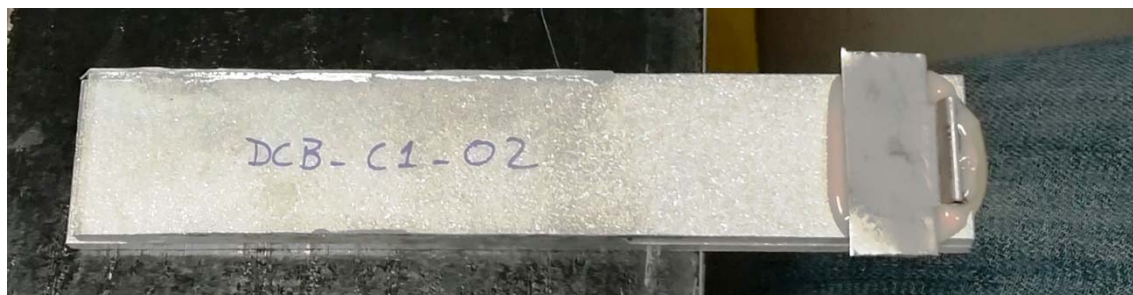


Figura 118 - Provete DCB antes da aplicação das dobradiças

3.5.2 Realização dos ensaios de fratura à tração

3.5.2.1 Preparação e condições do ensaio

Para caracterizar as propriedades de fratura, também se recorreu à máquina de ensaios universal, embora os tipos de ensaio sejam de natureza diferente dos até agora abordados. Os testes foram realizados com uma velocidade de ensaio de 2 mm min^{-1} .

Efetuaram-se as medições individuais dos valores de a_0 para cada provete, com auxílio de um paquímetro digital, para posterior utilização no tratamento de dados. Os valores registados são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 - Dimensões dos provetes DCB

% aditivo	Provete	a_0 (mm)
0%	1	57,60
	2	66,46
	3	63,02
0,25%	1	48,97
	2	50,70
	3	47,29
0,5%	1	46,87
	2	67,91
	3	47,90

1%	1	65,55
	2	47,26
	3	59,64

Para a fixação dos provetes na máquina de ensaios, primeiramente fixou-se o provete pela dobradiça inferior por intermédio da amarra da máquina de ensaios e, de seguida, promoveu-se o movimento da amarra superior basculante com baixa velocidade para posterior fixação da dobradiça superior.

Depois de o provete se encontrar devidamente colocado nas amarras, conforme mostrado na Figura 119, foi tempo de se colocar a máquina fotográfica para registos de imagens durante o ensaio. Utilizou-se uma máquina fotográfica digital Canon® com resolução de 20 Megapixel devidamente posicionada com o auxílio de um banco. Teve-se especial cuidado para que a objetiva da câmara capturasse todo o provete, garantindo ainda que as imagens capturadas eram focadas na camada adesiva.



Figura 119 – Setup do ensaio DCB

Durante a realização do ensaio foram tiradas fotografias com o intervalo de 5 s entre si até que o provete atingisse a rotura. Este procedimento permite determinar o valor de G_{IC} utilizando os métodos que requerem a medição de α , já descritos na revisão bibliográfica. Para o posterior tratamento de dados, deve ser feita uma correlação entre os dados de P e δ com α . Esta correlação é feita conhecendo o instante de tempo correspondente a cada imagem e a velocidade de ensaio de cada provete. A Figura 120

ilustra a captura de uma imagem no início do ensaio e outra momentos antes da rotura do provete 3, na condição que contém 0,5% de aditivo na mistura adesiva.

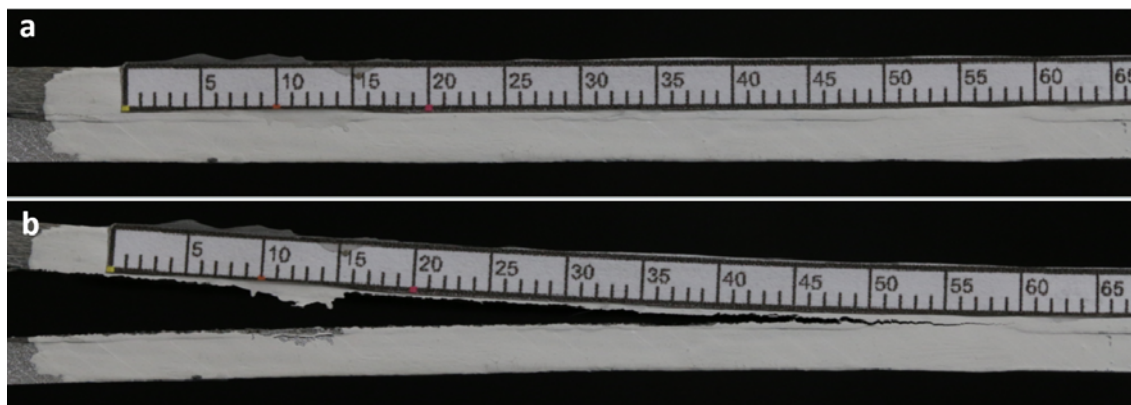


Figura 120 - Registo fotográfico durante o ensaio DCB. Início (a) e momentos antes da rotura (b).

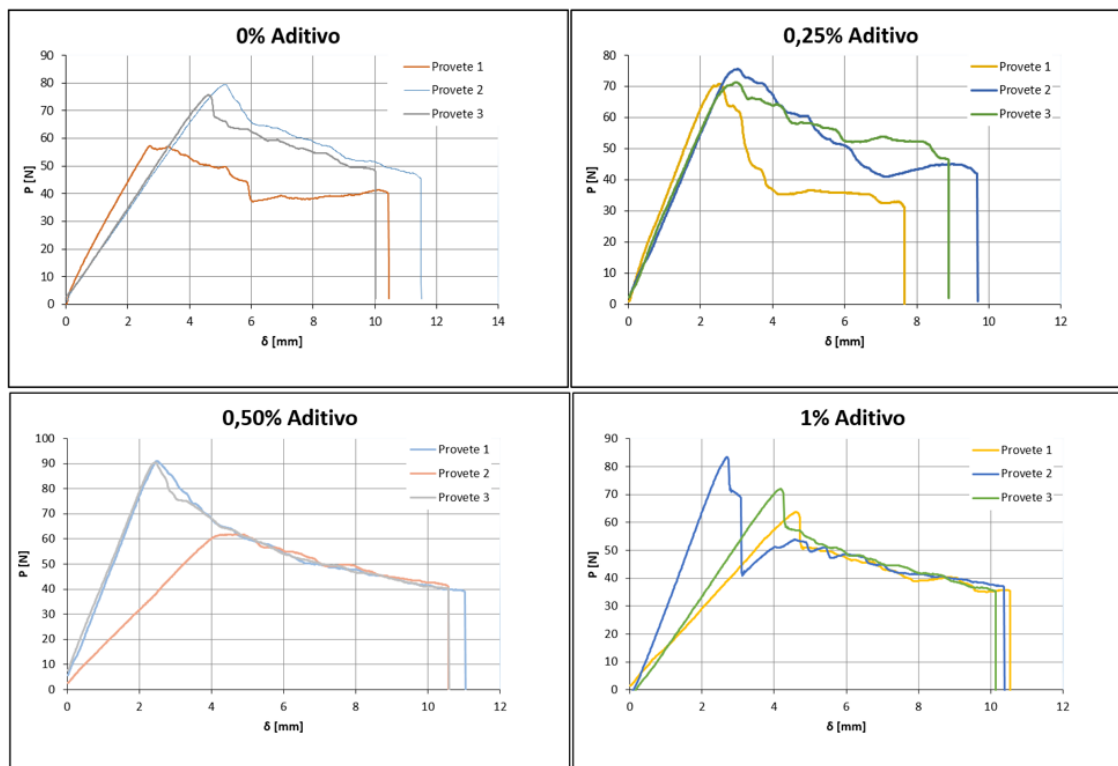
3.5.2.2 Preparação e condições do ensaio

Os parâmetros medidos durante o ensaio DCB foram P , δ e a . O *software* da máquina de ensaios regista a força exercida das amarras durante o seu deslocamento a uma velocidade de ensaio constante. À medida que a força é exercida no provete, a fenda vai-se propagando até que ocorra a rotura. Esta é registada através de fotografias, como referido anteriormente. Após o ensaio, é analisado o tipo de rotura obtido em cada provete. Espera-se que as roturas sejam completamente coesivas para que o valor medido de G_{IC} seja representativo da tenacidade do adesivo, permitindo também a obtenção da curva- R mais linear. Assim, com os valores de P , δ e a , consegue-se posteriormente obter as curvas P - δ e R , e também calcular o valor de G_{IC} .

3.5.3 Resultados obtidos

3.5.3.1 Curvas P - δ e R

Durante o ensaio de cada provete DCB o *software* da máquina de ensaios gerou as curvas P - δ . A Figura 121 ilustra as quatro condições das curvas P - δ obtidas nos ensaios DCB.

Figura 121 - Curvas P - δ pelo método CBBM

Observa-se que as curvas apresentam um comportamento inicial, até atingirem o seu máximo, com repetibilidade. A única exceção a este comportamento é o provete 2 da mistura que contém 0,5% de pó de cortiça expandida. O provete desta condição não tinha curado totalmente na parte inicial, como é visível pela Figura 122, o que provocou a perda de, sensivelmente, um terço da força máxima atingida com os restantes provetes. Além da cura inacabada, existe alguns pontos com aglomerados de pó de cortiça expandida que revelam alguma falta de homogeneidade na mistura do adesivo com o aditivo.

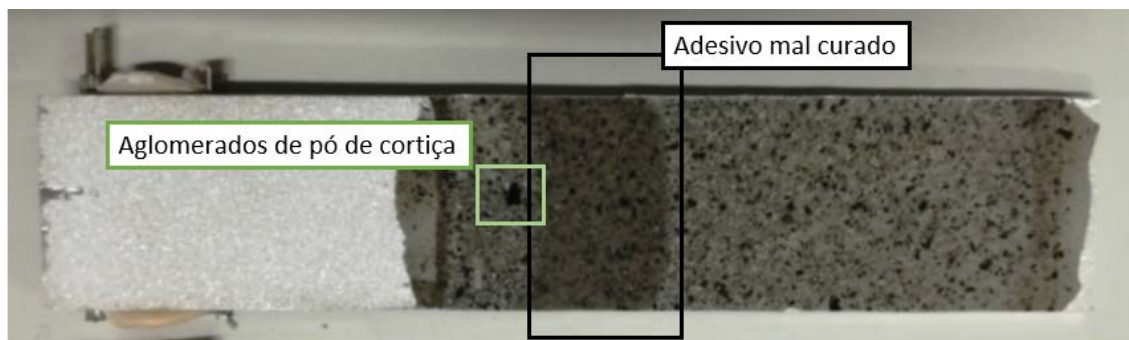


Figura 122 -Ensaio DCB - Provete 2 com 0,5% de pó de cortiça expandida

O provete 2 da mistura que contém 1% de pó de cortiça expandida mostra o resultado do escorregamento da dobradiça das amarras da máquina, provocando um decréscimo repentino da força máxima. Este fenómeno, no entanto, não originou alteração do

valor de G_{IC} , visto que o relaxamento do valor da força exercida após a iniciação da fenda encaminhou-se para os mesmos valores dos restantes provetes da mesma condição.

Para uma melhor comparação das várias condições, foram escolhidas curvas representativas de cada estado de mistura e colocado no mesmo gráfico, conforme se pode observar pela Figura 123.

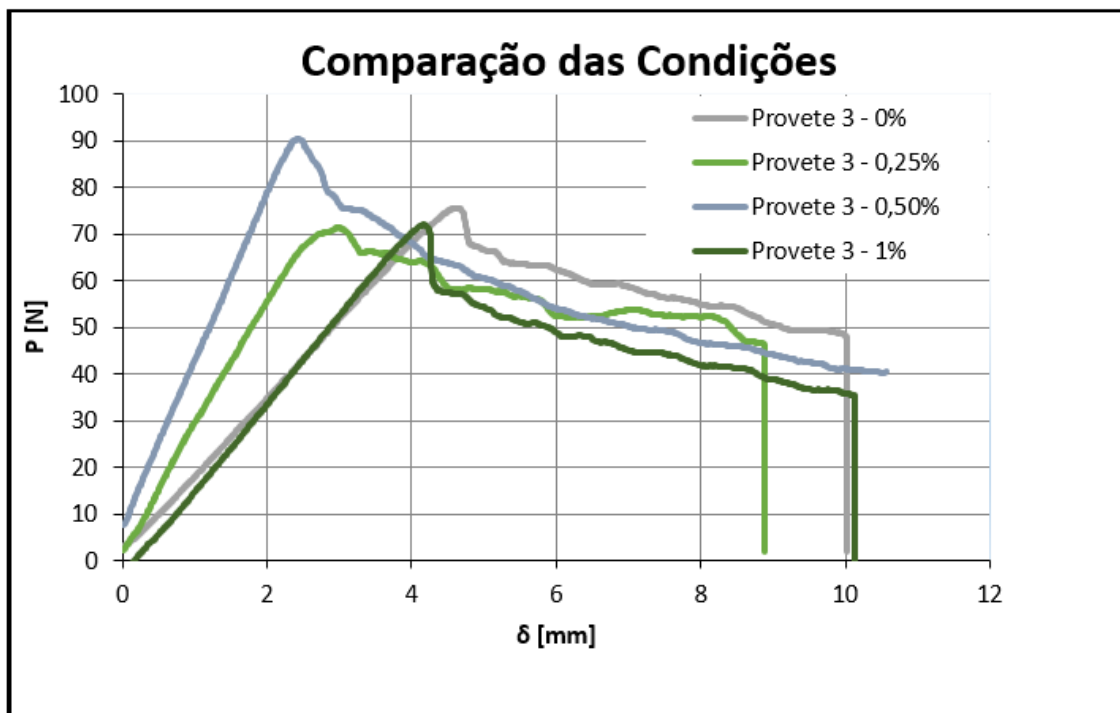


Figura 123 - Ensaio DCB – Comparação dos vários estados da mistura

Para a determinação das propriedades de fratura à tração, foram utilizados os métodos de redução de G_{IC} descritos na revisão bibliográfica. Recorreu-se aos métodos CCM e CBT que requerem a medição de a e ao método CBBM baseado em a_{eq} . Para o cálculo de G_{IC} pelos métodos CCM e CBT utilizaram-se as equações 2.12 e 2.19, respetivamente. No método CBBM usou-se a equação 2.28.

A partir dos dados já registados pelo *software* da máquina de ensaios e com recurso às equações 2.12, 2.19 e 2.28 construíram-se as curvas- R . O eixo das abcissas indica os valores de a_{eq} para o método CBBM ou os valores de a para os métodos CCM e CBT. No eixo das ordenadas estão representados os valores de G_{IC} para os diferentes métodos. Na Figura 124 apresentam-se as curvas- R dos provetes representativos de cada condição.

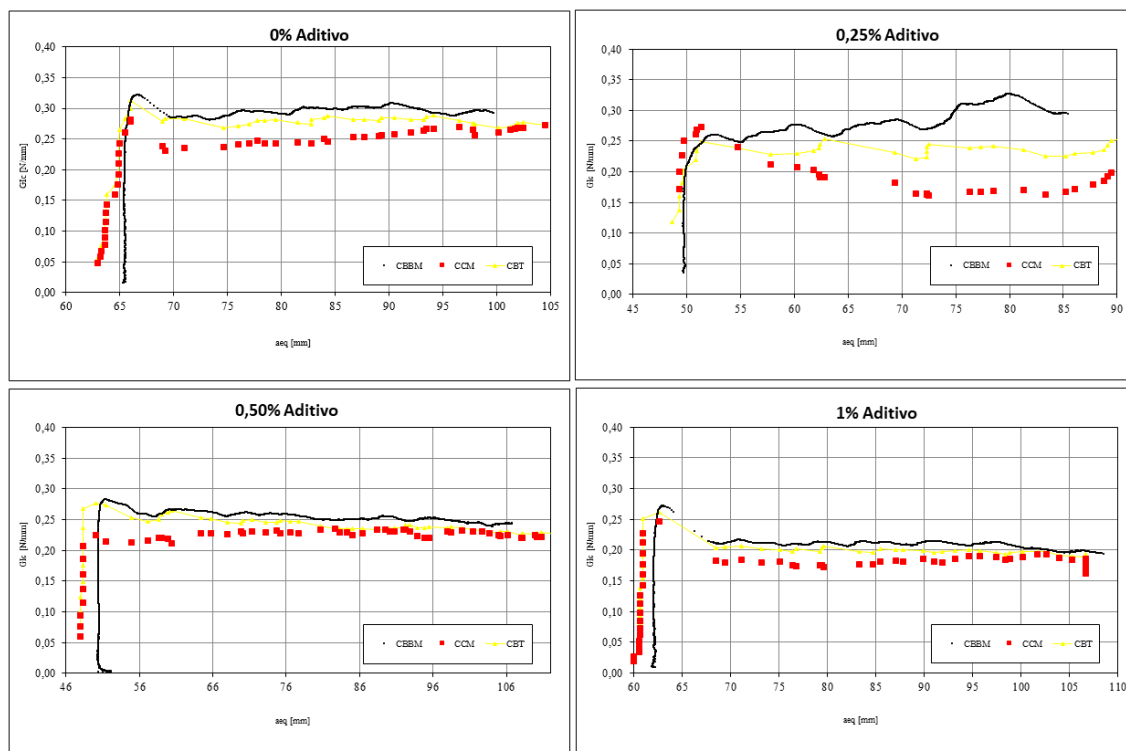


Figura 124 - Curvas-R obtidas pelo provete 3 de cada condição no ensaio DCB

As curvas obtidas pelos três métodos possuem valores muito próximos, à exceção da condição que contém 0,25% de pó de cortiça expandida, não havendo grandes discordâncias associadas aos valores de G_{IC} e a ou a_{eq} . Observa-se uma grande estabilidade das curvas-R em toda a propagação da fenda, o que revela uma boa preparação da superfície.

3.5.3.2 Rotura dos provetes DCB

Todos os provetes foram ensaiados até que ocorresse a sua rotura. Na Figura 125 é possível observar ambas as superfícies dos substratos de cada provete.

É possível verificar que, à exceção de todos os provetes que contêm uma mistura com 0,5% de pó de cortiça expandida e o provete 1 da condição sem aditivo, o tipo de rotura é coesivo. A mistura com 0,5% de pó de cortiça expandida pode não ter curado na totalidade, até porque se verifica na tonalidade mais escura um paralelismo com o provete 1 do ensaio sem pó de cortiça. A rotura nestes provetes foi classificada como mista por apresentar uma fina película de mistura no substrato.

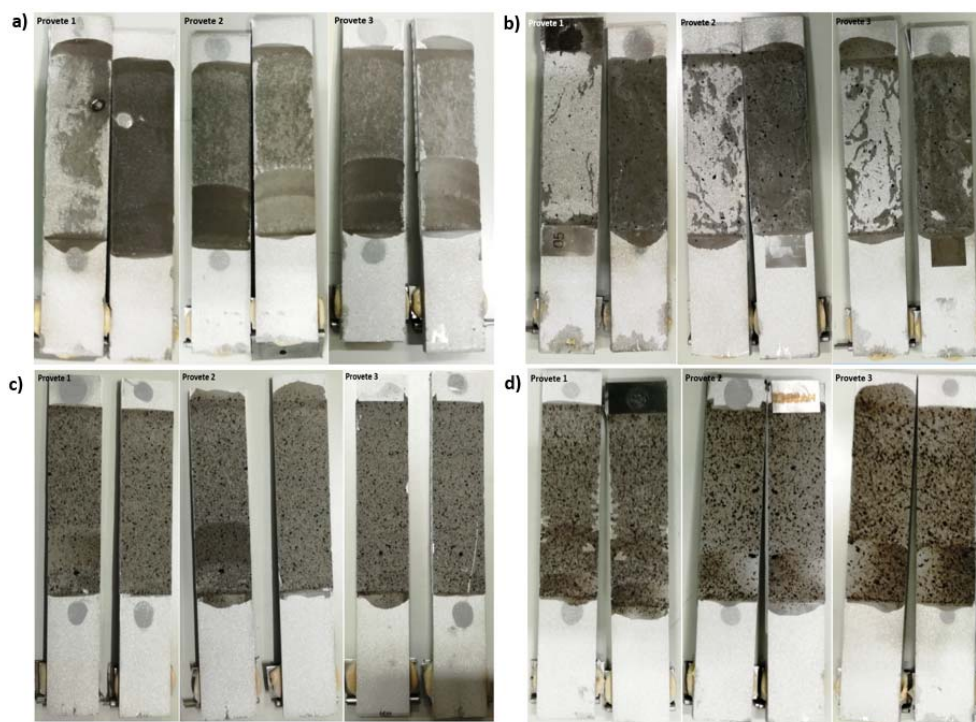


Figura 125 - Aspeto das superfícies de rotura dos provetes DCB. a) 0% aditivo; b) 0,25% aditivo; c) 0,5% aditivo; d) 1% aditivo

3.5.3.3 Propriedades de fratura à tração

Na Tabela 12 são apresentados os valores médios de G_{IC} e respetivos desvios padrão obtidos pelos três métodos utilizados. Como é possível observar, os valores de G_{IC} para cada provete pelos diferentes métodos são muito próximos.

Tabela 12 - Valores de G_{IC} pelos métodos CCM, CBT e CBBM

% aditivo	Método	Provetes			Média	Desvio Padrão	
		1	2	3			
0%	G _{IC} (N/mm)	CCM	0,1901	0,2819	0,2533	0,2418	0,0470
		CBT	0,1786	0,2947	0,2786	0,2506	0,0629
		CBBM	0,1745	0,3122	0,2953	0,2607	0,0751
0,25%	G _{IC} (N/mm)	CCM	0,1275	0,1924	0,1870	0,1690	0,0360
		CBT	0,1329	0,2134	0,2407	0,1957	0,0560
		CBBM	0,1441	0,2335	0,2835	0,2204	0,0706

0,50%	G_{IC} (N/mm)	CCM	0,2346	0,2288	0,2270	0,2301	0,0040
		CBT	0,2458	0,2403	0,2440	0,2434	0,0028
		CBBM	0,1441	0,2335	0,2835	0,2204	0,0706
1%	G_{IC} (N/mm)	CCM	0,2076	0,1614	0,1659	0,1783	0,0255
		CBT	0,1858	0,1672	0,1807	0,1779	0,0096
		CBBM	0,2041	0,2087	0,2082	0,2070	0,0025

Consideraram-se todos os provetes patentes na Tabela 12 como válidos, em função da repetibilidade de valores obtidos. Nos capítulos seguintes vai ser feita uma análise detalhada a estes resultados.

3.6 Ensaios de fratura ao corte

3.6.1 Fabrico dos provetes

O presente capítulo descreve com detalhe o fabrico dos provetes ENF. Todos os processos são idênticos aos do fabrico de provetes DCB, registando-se apenas algumas diferenças. Indicam-se as dimensões e geometria dos provetes ENF, explica-se o modo de preparação dos mesmos, o seu processo de colagem e a sua cura, e por fim as suas etapas de preparação para o ensaio a efetuar.

3.6.1.1 Provetes ENF

No fabrico dos provetes ENF escolheu-se a mesma liga alumínio AISI 6082-T651 utilizado na obtenção dos provetes DCB. Para a determinação das propriedades de fratura ao corte do adesivo selecionado, começou-se por fabricar os provetes ENF com a configuração apresentada na Figura 126 e dimensões da Figura 127. O valor de a_0 apresentado é o valor teórico, sendo que os valores individuais de cada provete são referidos posteriormente. Foram utilizados oito provetes devido ao facto de o ensaio ENF tender a proporcionar problemas de propagação instável da fenda ou ainda dificuldades inerentes à visualização da mesma durante o ensaio.

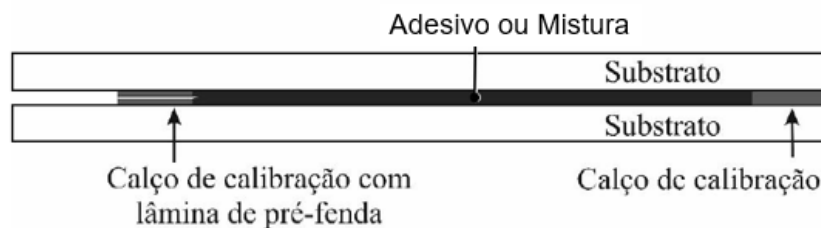


Figura 126 - Configuração dos provetes ENF utilizados (adaptado de [42])

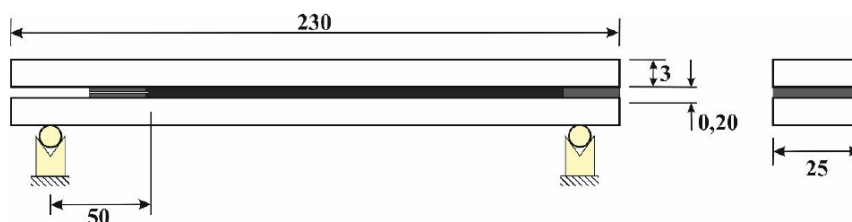


Figura 127 - Dimensões dos provetes ENF (em mm) (adaptado de [42])

3.6.1.2 Preparação dos provetes

Na preparação dos provetes ENF começou-se por cortar os substratos a partir de chapa de 3 mm de espessura e de 25 mm de largura. Cortaram-se as vinte e quatro tiras com 230 mm de comprimento com o mesmo serrote circular utilizado na preparação dos provetes DCB. Seguiu-se o tratamento das superfícies dos substratos por abrasão e posterior desengorduramento de forma idêntica ao sucedido com os substratos DCB. Findas estas etapas, as superfícies dos substratos apresentavam o aspeto da Figura 128 e encontravam-se preparadas para a aplicação dos calços de calibração. O processo de colagem e preparação dos calços foi exatamente o mesmo que no fabrico dos provetes DCB. Assim, os calços foram colados apenas com a diferença respeitante à distância entre o calço e a extremidade do provete (Figura 129).



Figura 128 - Substrato ENF após granalhagem

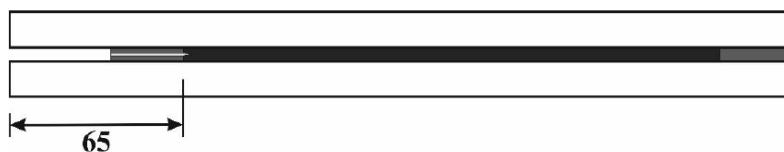


Figura 129 - Posição do calço de calibração com lâmina de pré-fenda (adaptado de [42])

Posicionaram-se todos os substratos inferiores com os respectivos calços ao longo de uma ripa de madeira com folhas de Teflon® para evitar a posterior adesão dos possíveis excessos de adesivo dos provetes. Os substratos encontravam-se em condições para a aplicação do adesivo, como ilustra a Figura 130.



Figura 130 - Substrato ENF após colagem dos calços apropriados

3.6.1.3 Colagem e cura dos provetes

De forma idêntica à preparação dos provetes DCB procedeu-se à aplicação do adesivo na área de colagem dos substratos (Figura 131). De seguida, colocaram-se os substratos superiores e aplicou-se uma pressão manual. Posteriormente, os provetes foram comprimidos com auxílio de grampos na zona dos calços (de modo a garantir que o adesivo se espalhasse de forma uniforme em toda a zona de colagem) e ainda alinhados no seu comprimento e largura. O processo de cura deu-se à temperatura ambiente durante uma semana, conforme mostra a Figura 132.

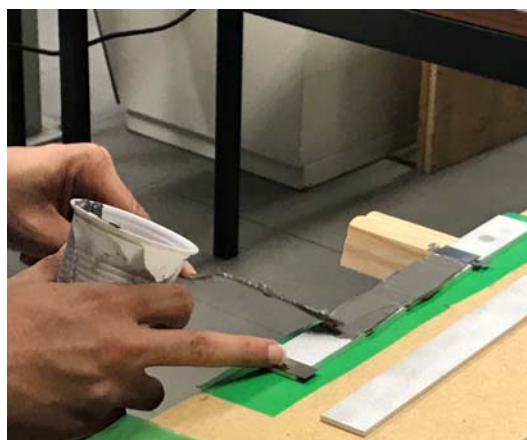


Figura 131 - Aplicação manual do adesivo



Figura 132 - Provete ENF com grampos na zona dos calços durante o processo de cura

3.6.1.4 *Preparação para o ensaio*

Após cura dos provetes, foi necessário proceder à preparação do ensaio. Começou-se pela remoção de todos os grampos dos provetes e seguidamente procedeu-se à cuidada extração dos calços com recurso a um alicate. De forma análoga à preparação dos provetes DCB, foi necessário remover os excessos de adesivo presente nos provetes. Primeiramente, retiraram-se os excessos de maiores volumes com um alicate e depois, para as partes excedentárias mais pequenas, recorreu-se à furadora vertical equipada com uma mó em pedra abrasiva já utilizada nos provetes DCB.

Assim que as faces laterais dos provetes se encontravam sem excessos de adesivo, iniciou-se a pintura de uma camada de tinta corretora ao longo da camada adesiva, de modo a facilitar a visualização de α . Após a cura da camada de verniz, propagou-se a pré-fenda do provete. Finalizadas as etapas anteriores, colaram-se as escalas no substrato superior com o adesivo Loctite® Super Cola 3. Voltou-se a ter o mesmo cuidado, como aconteceu na preparação dos provetes DCB, isto é, garantir que as escalas estavam alinhadas e ainda que não dificultassem a visualização da propagação da fenda durante a realização do ensaio. Considerou-se ainda que, para todos provetes, o valor de 0 mm coincidia com a ponta da pré-fenda. Os provetes ENF foram ainda numerados para devida identificação. Finalmente marcaram-se dois pontos em cada provete para facilitar a correta colocação na mesa de apoio e desta forma garantir que o ponto de aplicação de carga fosse a meio vão dos provetes. Estes encontravam-se deste modo prontos para o seu ensaio.

3.6.2 *Realização dos ensaios de fratura ao corte*

3.6.2.1 *Preparação e condições do ensaio*

Começou-se por medir os valores individuais de α_0 para cada provete, com auxílio de um paquímetro digital, para posterior utilização em cálculos. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 - Valores obtidos na medição de a_0 para os provetes ENF

% aditivo	Provete	a_0 [mm]
0%	1	57,60
	2	66,46
	3	63,02
0,25%	1	48,97
	2	50,70
	3	47,29
0,5%	1	46,87
	2	67,91
	3	47,90
1%	1	65,55
	2	47,26
	3	59,64

Os ensaios de fratura ao corte foram realizados na máquina de ensaios já utilizada nos três ensaios anteriormente descritos. Alterou-se o tipo de *setup* para um mais apropriado ao ensaio. Este foi constituído por uma mesa composta por dois rolos de apoio (distanciados a 200 mm entre si) e ainda por um dispositivo cilíndrico de solicitação de carga apropriado, conforme a Figura 133.



Figura 133- Setup para o ensaio ENF

O passo seguinte consistiu em colocar o provete na mesa de apoio, tendo o cuidado de alinhar os pontos de referência do provete com o centro dos rolos de apoio, garantindo deste modo a disposição centrada pelo cilindro de solicitação (Figura 134).

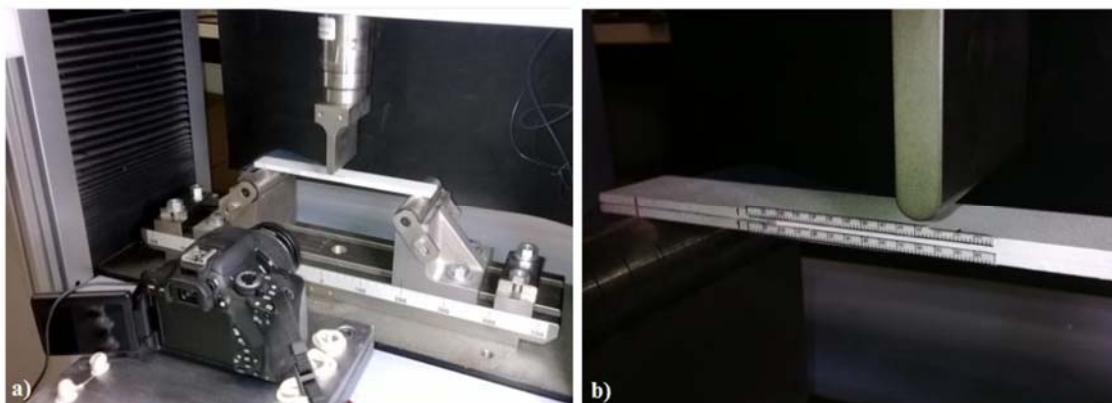


Figura 134 – Setup do ensaio ENF – a) vista geral; b) detalhe do elemento de carga [38]

Na pré-fenda dos provetes ENF foram inseridas duas folhas de Teflon®, para que o escorregamento relativo dos braços dos provetes existente durante o ensaio ocorresse sem atrito.

Seguidamente, com baixa velocidade, deu-se movimento ao cilindro de carga de modo a ficar em contacto com o provete, e teve-se ainda o cuidado de calibrar o equipamento. Repetiram-se todos os passos indicados para os doze provetes.

Foi utilizada a máquina fotográfica anteriormente referida nos ensaios DCB para registar imagens durante o ensaio com finalidade de auxiliar a determinação de G_{IIC} . Teve-se novamente a atenção para que a objetiva da câmara capturasse toda a zona

útil da propagação da fenda. A captura de imagens realizou-se a cada 5 s desde o início do ensaio até que a fenda ultrapassasse o ponto de solicitação de carga. A Figura 135 ilustra a captura de uma imagem no início do ensaio e outra momentos antes do seu fim.

Os testes foram realizados na máquina de ensaios já utilizada nos três ensaios anteriores à temperatura ambiente e a uma velocidade constante de $0,75 \text{ mm min}^{-1}$.



Figura 135 - Registo fotográfico durante o ensaio ENF. Início (a) e momentos antes do fim (b)

3.6.2.2 Parâmetros medidos durante o ensaio

Tal como sucedeu no ensaio DCB, os parâmetros medidos durante o ensaio ENF também foram P , δ e a . O *software* regista a força exercida pelo cilindro de carga durante o seu deslocamento a uma velocidade de ensaio constante já definida. À medida que é exercida a força a meio vão do provete, a fenda vai-se propagando até ultrapassar o ponto de solicitação. A propagação da fenda vai ser monitorizada através da captura de imagens, como referido anteriormente. Com os valores de P , δ e a foi possível obter as curvas P - δ e R e ainda obter o valor de G_{IIC} .

3.6.3 Resultados obtidos

3.6.3.1 Curvas P - δ e R

Foram registados os valores de P e δ durante os ensaios ENF através do *software* da máquina de ensaios, obtendo-se ao mesmo tempo as curvas P - δ ilustradas na Figura 136 para os doze provetes.

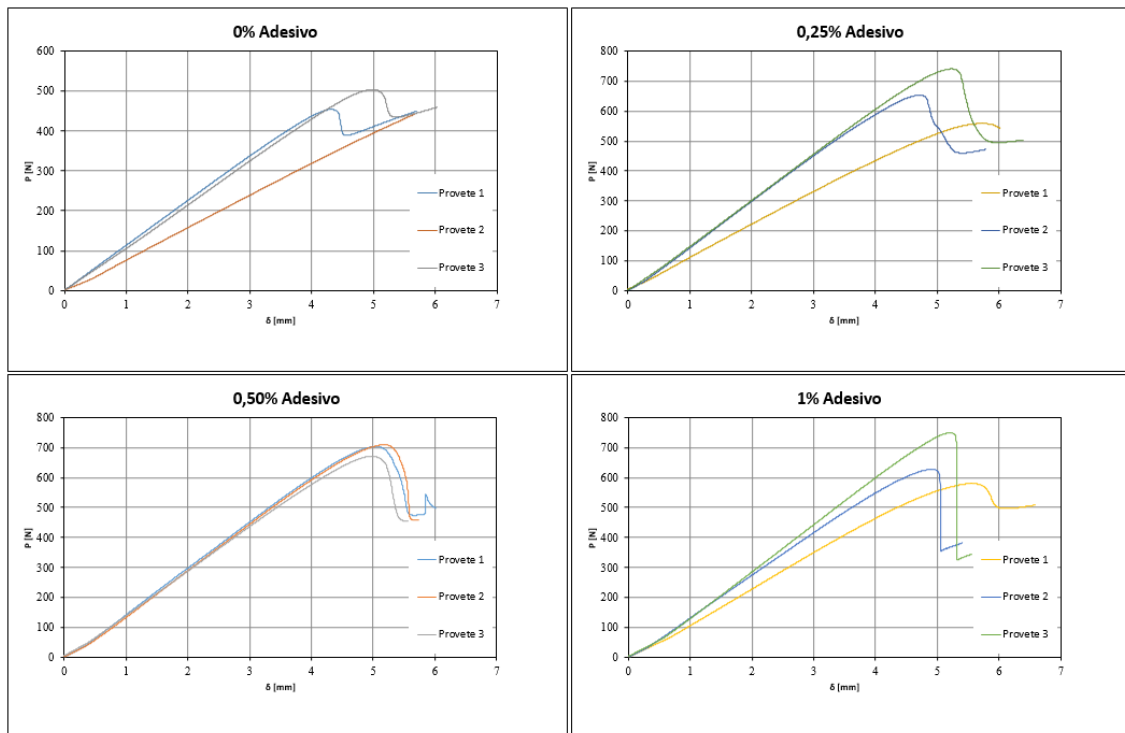


Figura 136 - Curvas $P-\delta$ dos provetes ENF

É notório o comportamento idêntico em todos os provetes, agrupados por condição, o que revela a repetibilidade dos ensaios. Ao contrário dos ensaios analisados, o ensaio ENF revela que a adição do pó de cortiça expandida favorece as propriedades medidas, aumentando o valor de $P_{\text{máx}}$ suportado pelo provete.

Uma vez mais, pela análise dos gráficos é revelado que não existe ductilidade na mistura testada, já que a reta do regime elástico se estende até atingir a força máxima suportada e o adesivo rompe abruptamente nesse ponto. Quanto à deformação, os ensaios revelam que a adição do pó de cortiça expandida não gera nenhuma diferença à propriedade do adesivo base.

A Figura 137 mostra a comparação entre condições a partir de um provete representativo de cada condição. O provete escolhido foi o provete 3 em todas as condições.

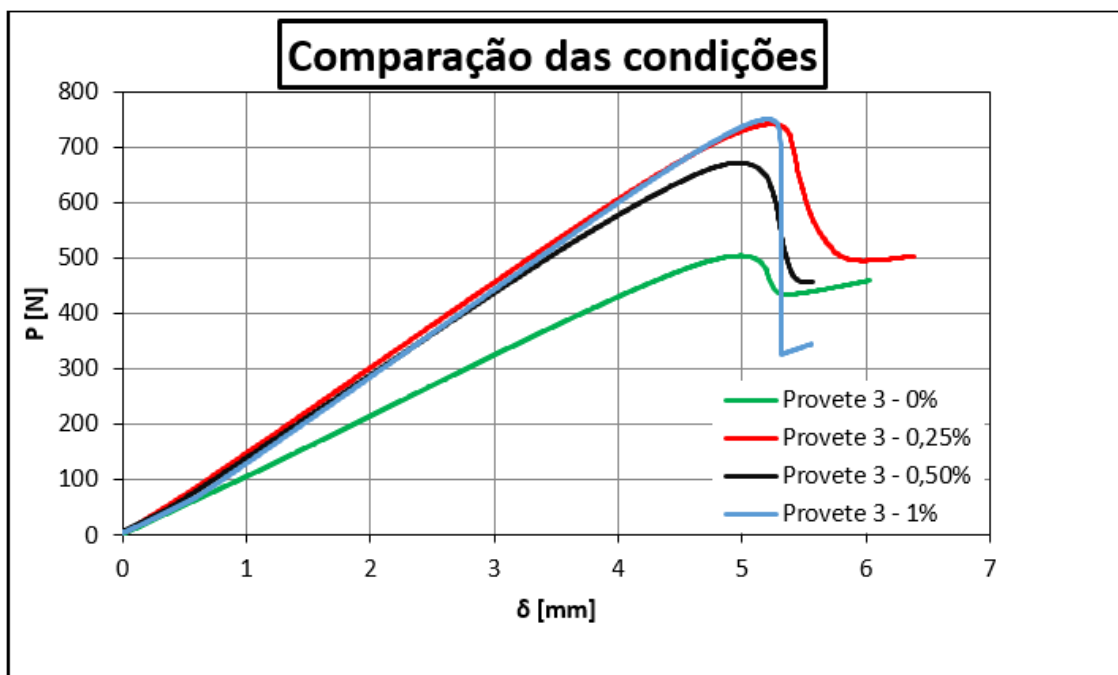


Figura 137 – Curvas P - δ dos provetes ENF – Comparação das condições

Utilizaram-se os métodos de redução CCM, DBT, CBT e CBBM para determinar G_{IIC} , descritos na revisão bibliográfica. Os métodos CCM, DBT e CBT dependem da medição de a , já o CBBM necessita da medição de a_{eq} . No cálculo de G_{IIC} pelos métodos CCM, DBT e CBT recorreu-se às equações enunciadas no capítulo 2.3.4.4.1. No CBBM usou-se a equação 2.42.

A partir dos dados já registados pelo programa da máquina de ensaios e corretamente tratados, construíram-se as curvas- R . O eixo das ordenadas apresenta o valor de G_{IIC} para os diferentes métodos. No eixo das abcissas estão indicados os valores de a_{eq} para o método CBBM e ainda os de a para os restantes métodos. A Figura 138 demonstra as curvas- R obtidas pelo provete 3 da condição 0% e 0,25% e provete 1 da condição 0,5% e 1%, consideradas representativas da totalidade dos ensaios realizados.

Os resultados demonstram que não existe um patamar perfeitamente definido para nenhum dos métodos, o que se pressupõe estar relacionado com a existência de uma zona plástica de dimensões significativas. Comparando os valores durante a propagação pelos diferentes métodos, constata-se um acordo razoável, exceto para o CCM, devido às dificuldades de ajuste polinomial que são características deste método. No entanto, o patamar relativo ao CBBM encontra-se deslocado para a direita relativamente aos restantes métodos, facto que pode ser explicado pela zona plástica do adesivo quando solicitado ao corte, induzindo assim um valor bastante mais elevado de a_{eq} .

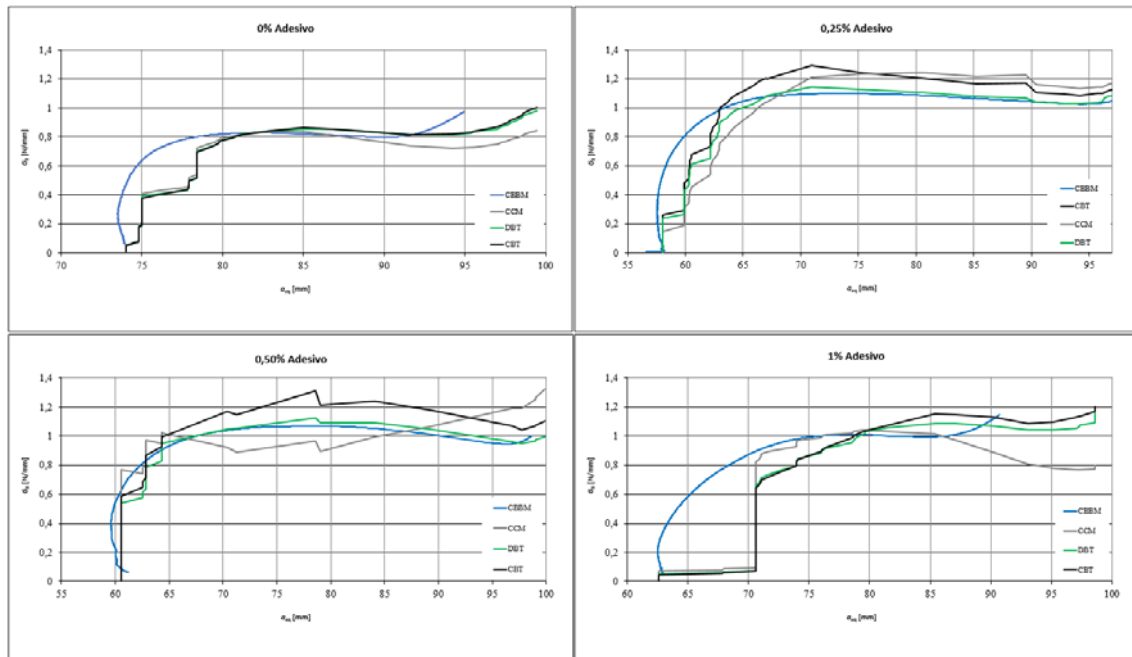


Figura 138 - Curvas-R representativas de cada condição

3.6.3.2 Rotura dos provetes ENF

Como dito anteriormente, o ensaio termina quando a fenda ultrapassa o ponto de solicitação de carga.

Logo, contrariamente aos provetes DCB e *bulk*, os ENF não sofreram rotura total. Desta forma, apenas foi verificada a plastificação dos aderentes e a propagação da fenda. Os provetes foram fotografados de modo a ser possível comparar o valor máximo de a . Na Figura 139 apresenta-se a propagação de final da fenda para cada provete da condição que não contém aditivo. É possível observar com mais aproximação e detalhe a posição final da ponta da fenda assinalada para cada provete.



Figura 139 - Propagação final da fenda nos provetes ENF

Na Tabela 14, apresentam-se os valores do comprimento de fenda para todos os provetes:

Tabela 14 - Comprimento de propagação da fenda

% aditivo	Proвете	a [mm]
0%	1	19
	2	14,5
	3	25,4
0,25%	1	18,1
	2	34,3
	3	40,1
0,5%	1	39,3
	2	> 40
	3	36
1%	1	> 36
	2	> 30
	3	> 40

3.6.3.3 Propriedades de fratura ao corte

Na Tabela 15 são apresentados os valores das propriedades medidas e calculadas a partir do ensaio ENF.

Os valores do provete 2 do adesivo base não foram considerados por apresentarem um grande desvio em relação aos restantes provetes, o que indicia que pode ter ocorrido algum defeito no fabrico do mesmo ou no decorrer do ensaio.

Os restantes provetes foram considerados válidos porque mostram repetibilidade e os desvios não são significativos.

Tabela 15 - Propriedades mecânicas retiradas do ensaio ENF

% aditivo	Método	Provetes			Média	Desvio Padrão	
		1	2	3			
0%	$P_{\text{máx}}$ [N]	-	454,2	-	503,8	479,0	35,1
	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	-	5,71	-	6,00	5,86	0,2
	G_{IIC} (N/mm)	CCM	0,8291	-	0,8251	0,8271	0,0028
		DBT	0,6562	-	0,8369	0,7466	0,1277
		CBT	0,7079	-	0,8421	0,7750	0,0949
CBBM		0,6411	-	0,8214	0,7312	0,1275	
0,25%	$P_{\text{máx}}$ [N]	-	558,8	653,6	741,1	651,2	91,2
	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	-	6,88	5,76	6,36	6,36	0,56
	G_{IIC} (N/mm)	CCM	1,0563	1,0851	1,2147	1,1187	0,0844
		DBT	1,1671	0,9107	1,0921	1,0566	0,1318
		CBT	1,2236	1,0157	1,1984	1,1459	0,1135
CBBM		1,1484	0,9105	1,0602	1,0397	0,1202	
0,50%	$P_{\text{máx}}$ [N]	-	703,3	709,8	671,5	694,9	20,5
	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	-	5,81	6,01	5,69	5,84	0,16
	G_{IIC} (N/mm)	CCM	0,9637	1,1916	1,1275	1,0943	0,1175
		DBT	1,0810	1,1299	1,0342	1,0817	0,0478
		CBT	1,2096	1,1293	1,1160	1,1516	0,0506
CBBM		0,9917	0,9675	0,9253	0,9615	0,0336	

	$P_{\text{máx}}$ [N]	-	580,0	627,5	749,8	652,4	87,6
	$\delta_{\text{máx}}$ [mm]	-	6,46	5,33	5,39	5,73	0,64
1%		CCM	1,0231	0,7692	1,3511	1,0478	0,2917
	G_{IIC} (N/mm)	DBT	1,0650	0,8678	1,1460	1,0263	0,1431
		CBT	1,1035	1,1025	1,1310	1,1124	0,0162
		CBBM	1,0013	0,9158	1,0284	0,9818	0,05878

3.7 Discussão dos resultados obtidos

Neste capítulo irão ser abordados os resultados dos ensaios realizados e será feita uma análise crítica de modo a se perceberem melhor as razões dos parâmetros obtidos. Também serão efetuadas comparações entre os parâmetros obtidos experimentalmente e os fornecidos pelo fabricante (sempre que existentes na ficha técnica do adesivo) e outros trabalhos realizados.

3.7.1 Ensaios mecânicos à tração

Os provetes foram ensaiados nas mesmas condições ambientais e de parametrização da máquina.

Tendo por base o adesivo Araldite® AV138 sem inclusão de aditivo verifica-se que o fornecedor indica como σ_r valores próximos dos 43 MPa, enquanto no ensaio realizado foram obtidos valores médios de σ_r de $23,6 \pm 7,1$ MPa.

Na Figura 140 observa-se graficamente a comparação dos valores de fabricante com os valores obtidos em ensaio.

Pelos valores apresentados é evidente o valor alto do coeficiente de variação, acima dos 30%, o que mostra uma fraca precisão do cálculo da tensão.



Figura 140 - Comparação da tensão de ruptura à tração - Fabricante vs Ensaios realizados

A razão principal para este acontecimento prende-se com o fabrico dos provetes e a dificuldade de os obter isentos de bolhas de ar. A Figura 141 mostra o provete 2 desta condição com um defeito na zona de ruptura.

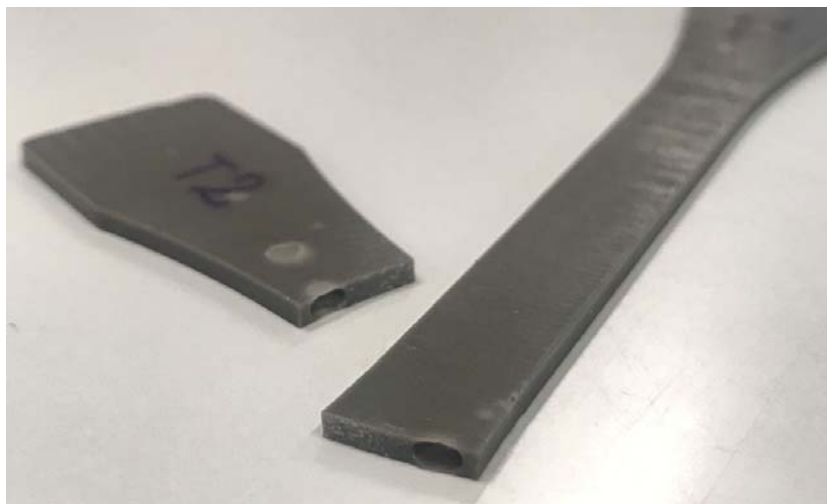


Figura 141 - Bolha de ar na zona de ruptura

Desconsiderando os valores dos ensaios que contiveram defeitos a prejudicar a veracidade dos mesmos, ter-se-ia a seguinte comparação com os resultados obtidos pelo fabricante:

Tabela 16 - Comparação da tensão de rotura - Fabricante vs Ensaios realizados (sem provetes com defeito)

σ_r [MPa]	
Fabricante	Ensaio
43	$29,6 \pm 0,7$

Apesar de tudo, regista-se que os valores de ensaio apenas conseguem atingir dois terços do valor indicado pelo fornecedor do adesivo. Porém, estes valores são idênticos aos conseguidos por Pinto *et al.* [37], e pode-se dever à presença de um maior número de vazios, a uma escala microscópica, que o obtido pelo processo de fabrico do fabricante.

Quanto às outras propriedades enunciadas pelo fabricante, e tendo em conta apenas os provetes sem defeito, tem-se a comparação resumida na Tabela 17:

Tabela 17 – Comparação das propriedades obtidas pelo ensaio de tração

Propriedade	Fabricante	Pinto <i>et al.</i> [36]	Ensaio
E [GPa]	4,7	$3,2 \pm 0,5$	$4,5 \pm 0,2$
ϵ [%]	1,2	$2,24 \pm 0,08$	$0,76 \pm 0,01$

Pela comparação verifica-se uma excelente aproximação do módulo de Young ao indicado pelo fabricante e um valor mais baixo quanto ao alongamento até à rotura, que se deverá à área real indicada para o cálculo estar acima do que realmente foi ensaiado.

Comparando agora o adesivo Araldite® AV138 com a mistura com o pó de cortiça expandida, verificamos que a tensão de rotura diminui com o incremento do aditivo. A Figura 142 mostra graficamente esta conclusão (para a conceção do gráfico só foram considerados os provetes com defeitos não detetáveis a olho nu).

Pela análise do gráfico verifica-se uma tendência, quase linear, entre o aumento da percentagem de aditivo com a diminuição da tensão de rotura.

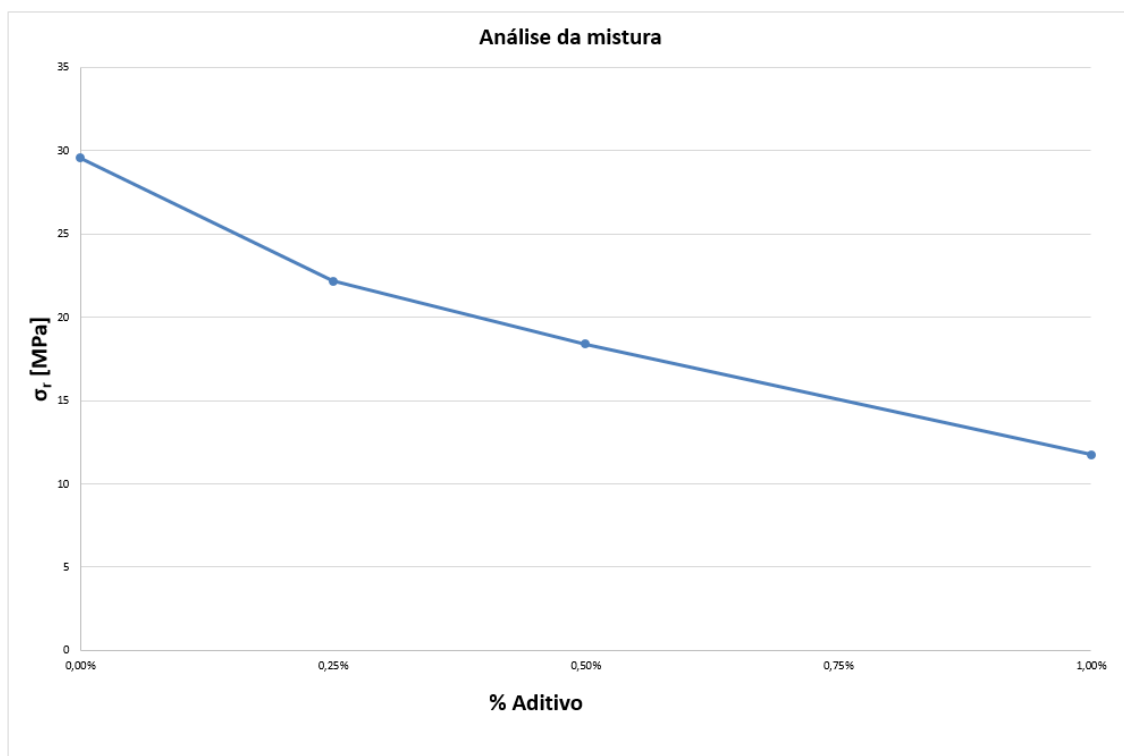


Figura 142 - Tensão de ruptura vs % Aditivo – Ensaio *bulk*

A Tabela 18 apresenta a comparação de todas as propriedades determinadas pelo ensaio de tração.

Tabela 18 - Análise das propriedades mecânicas da mistura

% aditivo	σ_r [MPa]	$\epsilon_{\text{máx}}$ [%]	E [GPa]
0%	29,6 ± 0,7	0,76 ± 0,01	4,5 ± 0,2
0,25%	22,2 ± 1,8	0,61 ± 0,05	4,0 ± 0,3
0,5%	18,4 ± 1,5	0,50 ± 0,06	3,8 ± 0,1
1%	11,8 ± 0,5	0,33 ± 0,05	3,6 ± 0,2

Analisando a tabela verifica-se que a inclusão do pó de cortiça expandida, para solicitações à tração, é prejudicial às propriedades do adesivo base. Todas as propriedades medidas reduzem o seu valor com o aumento da quantidade de aditivo adicionado na mistura.

3.7.2 Ensaios mecânicos ao corte

Tal como nos ensaios à tração, os provetes dos ensaios mecânicos ao corte foram ensaiados sob as mesmas condições ambientais e de parametrização da máquina. Uma vez mais, com a informação prestada pelo fabricante do adesivo Araldite® AV138 sem inclusão de aditivo verificamos que o valor obtido de τ_r foi 16 MPa, enquanto no ensaio realizado foram obtidos valores médios de τ_r de $26,7 \pm 1,5$ MPa, ou seja, muito superiores aos indicados. Os dados de ensaio são corroborados pelo coeficiente de variação baixo que determina uma boa repetibilidade e precisão. Esta discrepância pode estar relacionada com o facto do valor do fabricante ser estimado de forma empírica através de critérios de cedência, o que não é o mais adequado para adesivos estruturais endurecidos. Os valores obtidos comprovam a excelente preparação dos substratos e do adesivo.

Não foi possível comparar o valor obtido de γ_r ($3,04 \pm 1,24\%$) com o fabricante devido à ausência de informação na folha de dados do adesivo. Do valor obtido de γ_r ressalta o coeficiente de variação alto, próximo dos 40%, que é causado pela dificuldade de medir com precisão a espessura de adesivo na junta.

O valor de G obtido foi $980,5 \pm 354,3$ MPa bastante abaixo do indicado pelo fabricante (3 GPa). Este valor, como está relacionado com a espessura do adesivo, pode estar a ser fortemente prejudicado por uma medição deficiente, que acaba por ser comprovada pelo coeficiente de variação encontrado.

Analisando a mistura do adesivo com o aditivo, verifica-se que, tal como na solicitação à tração, o aumento da percentagem de aditivo é prejudicial ao valor obtido na τ_r . A Figura 143 suporta graficamente esta conclusão.

A linearidade entre a diminuição do valor da propriedade medida e o aumento da percentagem de aditivo volta a revelar-se neste parâmetro. Os valores de G e γ_r não foram comparados porque os coeficientes de variação revelam uma grande imprecisão nos valores calculados.

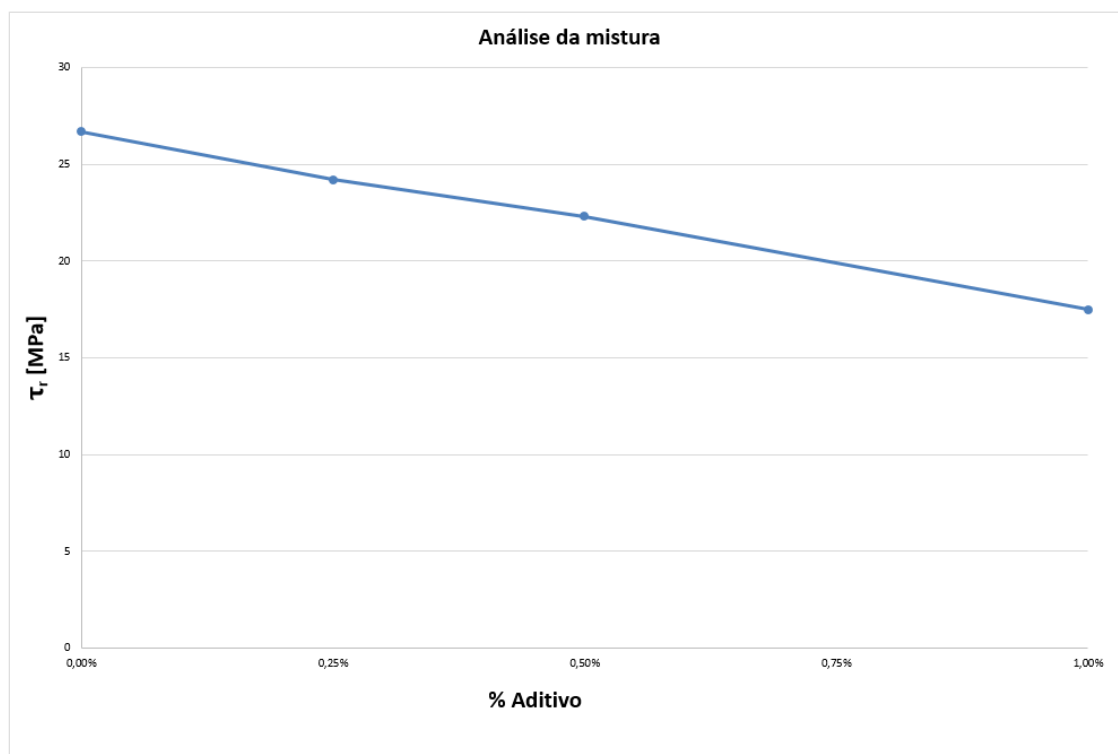


Figura 143 - Tensão de rotura vs % Aditivo – Ensaio TAST

3.7.3 Ensaios de fratura à tração

De forma similar aos ensaios referidos anteriormente, nos ensaios DCB também foram utilizadas as mesmas condições de ensaio e ainda o mesmo método de fabrico para todos os provetes. A única diferença incide no valor de a_0 , que difere de provete para provete.

Partindo do adesivo base sem aditivo, os valores obtidos de G_{IC} nos ensaios DCB pelos métodos CCM, CBT e CBBM são bastante aceitáveis. Atingiram-se valores médios de $0,2418 \pm 0,0470 \text{ N mm}^{-1}$, $0,2506 \pm 0,0629 \text{ N mm}^{-1}$ e $0,2607 \pm 0,0751 \text{ N mm}^{-1}$, para os métodos CCM, CBT e CBBM, respetivamente. Em relação ao CBBM, que se considera o método mais robusto por não requerer a medição do valor de a e incluir o efeito da ZPF nos resultados, as diferenças observadas do CCM e CBT são de 7,2% e 3,9%, respetivamente. Analisando a Figura 144, verifica-se a proximidade dos resultados obtidos de cada provete, para os três métodos diferentes de redução. Não foi possível comparar os resultados obtidos com os do fabricante, devido a inexistência de qualquer dado relativo a G_{IC} .

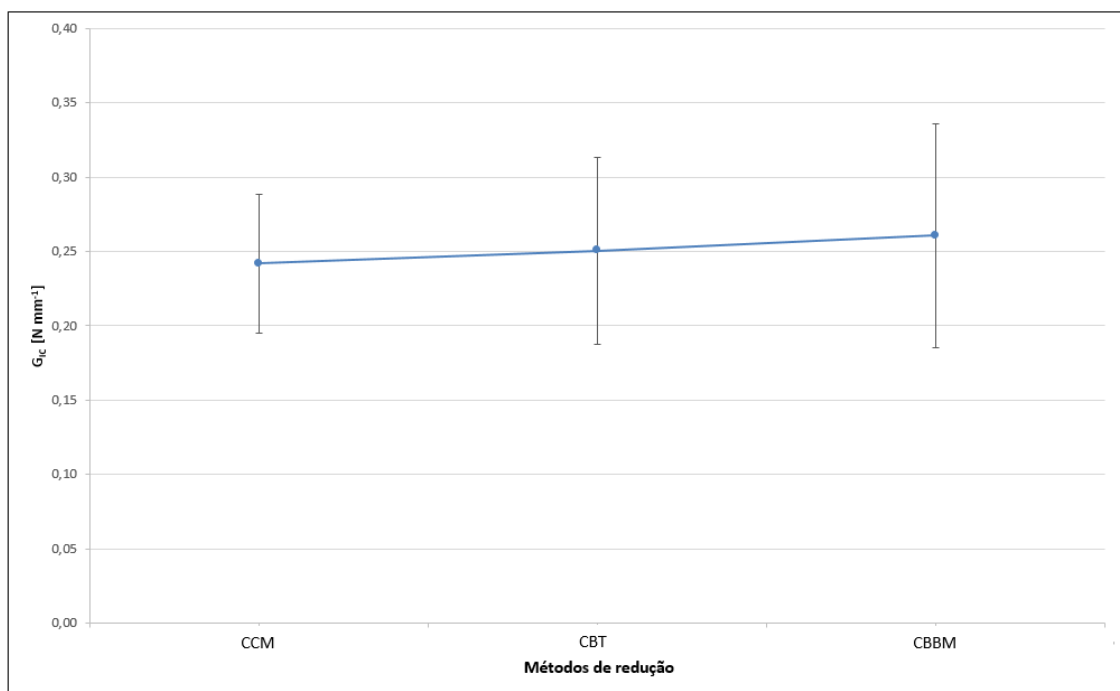


Figura 144 - Valores médios e respectivos desvios padrão de G_{IC} para o adesivo Araldite® AV138 pelos diferentes métodos

Analisando o gráfico verifica-se uma repetibilidade mediana dos ensaios e a excelente similaridade entre métodos.

Comparando os valores obtidos com o da mistura com pó de cortiça expandida, verificamos o cenário apresentado na Tabela 19.

Tabela 19 - Comparação das propriedades de fratura à tração

% aditivo	G_C [N mm ⁻¹]		
	CCM	CBT	CBBM
0%	0,2418 ± 0,0470	0,2506 ± 0,0629	0,2607 ± 0,0751
0,25%	0,1690 ± 0,0360	0,1957 ± 0,0560	0,2204 ± 0,0706
0,5%	0,2301 ± 0,0040	0,2434 ± 0,0028	0,2484 ± 0,0017
1%	0,1783 ± 0,0255	0,1779 ± 0,0096	0,2070 ± 0,0025

Analisando apenas os valores apresentados não é possível verificar uma tendência com a inclusão do aditivo. No entanto, considerando o modo de rotura apresentado na Figura 125 e os coeficientes de variação altos nos ensaios na condição sem aditivo e

com a mistura de 0,25% de aditivo, foi feita a retificação da tabela (Tabela 20) desconsiderando os provetes que apresentavam defeitos de fabrico e apenas levando em consideração o método mais robusto (CBBM).

Tabela 20 - Comparação das propriedades de fratura à tração pelo método CBBM

% aditivo	G_c
	[N mm ⁻¹]
	CBBM
0%	0,3037 ± 0,0119
0,25%	0,2585 ± 0,0354
0,5%	0,2484 ± 0,0017
1%	0,2070 ± 0,0025

Com esta correção apura-se que, tal como nos ensaios anteriores, o aumento da percentagem de pó de cortiça expandida faz com que a junta fique com menos resistência à propagação da fenda.

3.7.4 Ensaios de fratura ao corte

Nos ensaios de provetes ENF, os testes foram realizados a uma velocidade constante de 0,75 mm min⁻¹. As restantes condições foram mantidas para todos os provetes.

Assim, como sucedido nos ensaios de fratura à tração, neste ensaio a diferença entre os provetes foi nos valores de σ_0 .

Tal como já foi referido, o provete 2 da condição sem aditivo não foi considerado para a análise devido ao desvio assinalável, devido a um defeito no fabrico, apresentado no ensaio.

Também para a caracterização de G_{IIC} não existem dados fornecidos pelo fabricante que permitam fazer uma comparação para o adesivo ensaiado. Os valores médios obtidos de G_{IIC} para o adesivo Araldite® AV138 pelos métodos CCM, DBT, CBT e CBBM foram 0,8271 ± 0,0028 N mm⁻¹, 0,7466 ± 0,1277 N mm⁻¹, 0,7750 ± 0,0949 N mm⁻¹ e 0,7312 ± 0,1275 N mm⁻¹, respetivamente. Como referido no capítulo 3.7.3, o método CBBM é o mais fiável por não requerer a medição do valor de α e incluir o efeito da ZPF nos resultados obtidos. As diferenças observadas do CCM, DBT e CBT, relativamente ao CBBM, são de 11,6%, 2,1% e 5,6%, respetivamente.

Pelos valores apresentados confirma-se a boa repetibilidade dos ensaios e a semelhança de valores dos diferentes métodos de redução.

Para comparar os valores do adesivo base com os da mistura com pó de cortiça expandida, recorre-se à Tabela 21.

Tabela 21 - Comparação das propriedades de fratura ao corte

% aditivo	G_{IC} [N mm ⁻¹]			
	CCM	DBT	CBT	CBBM
0%	0,8271 ± 0,0028	0,7466 ± 0,1277	0,7750 ± 0,0949	0,7312 ± 0,1275
0,25%	1,1187 ± 0,0844	1,0566 ± 0,1318	1,1459 ± 0,1135	1,0397 ± 0,1202
0,5%	1,0943 ± 0,1175	1,0817 ± 0,0478	1,1516 ± 0,0506	0,9615 ± 0,0336
1%	1,0478 ± 0,2917	1,0263 ± 0,1431	1,1124 ± 0,0162	0,9818 ± 0,0588

Analisando a tabela, verifica-se, factualmente, que o aditivo incrementa resistência à propagação da fratura ao corte, porém não é possível estabelecer qual a percentagem ideal de aditivo para maximizar este parâmetro já que entre os 0,25% e o 1% não existe uma tendência clara em nenhum dos sentidos de crescimento.

A Figura 145 serve para ajudar a clarificar que o ponto ideal está próximo dos 0,25% de aditivo, considerando apenas os valores do método de redução CBBM.

Pela análise do gráfico pode-se depreender que o valor ótimo da proporção mássica na mistura estará entre 0% e os 0,30%. Existe um crescimento na fase inicial onde não é possível identificar se o ponto de 0,25% de aditivo ainda esteja na fase crescente ou, já, numa fase decrescente.

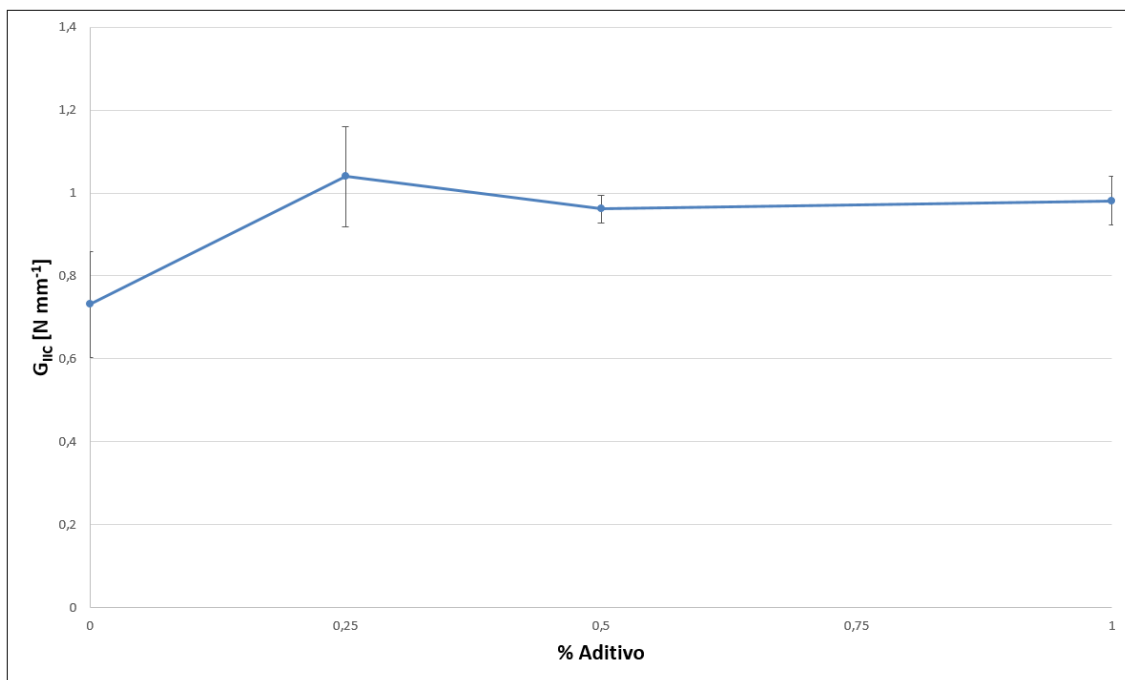


Figura 145 – Comparação do valor de G_{IIC} nas diferentes condições

CONCLUSÕES

- 4.1 CONCLUSÕES
- 4.2 PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS

4 CONCLUSÕES E PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS

4.1 CONCLUSÕES

Esta dissertação teve como objetivo a caracterização do adesivo Araldite® AV138 aditivado com pó de cortiça expandida, em razões mássicas de 0,25%, 0,50% e 1%, além do adesivo base para comparação. O adesivo selecionado é um epóxido estrutural frágil e alta resistência mecânica. Foram fabricados provetes de adesivo maciço e em junta, sendo posteriormente realizados ensaios, de forma a estudar a mistura em causa. Efetuaram-se ensaios, numa máquina de ensaios universal, com provetes de adesivo maciço para determinação das propriedades mecânicas à tração, provetes TAST para determinação das propriedades mecânicas ao corte, provetes DCB para determinação das propriedades de fratura à tração e provetes ENF para determinação das propriedades de fratura ao corte.

A partir dos ensaios à tração de provetes maciços determinou-se o módulo de elasticidade longitudinal, a tensão de rotura e a deformação de rotura ou alongamento máximo. Os valores obtidos para estas propriedades mecânicas à tração para o adesivo Araldite® AV138 sem aditivo foram, respetivamente, $4,5 \pm 0,2$ GPa; $29,6 \pm 0,7$ MPa e $0,76 \pm 0,01\%$. Os parâmetros possíveis de comparar com a ficha do fabricante são a tensão de rotura (43 MPa), a deformação de rotura à tração (1,2%) e o módulo de Young (4,7 GPa) tendo-se obtido para estes parâmetros um desvio padrão percentual de 31,2%, 23,2% e 4,3%, respetivamente. Comparando com a mistura aditivada, verificou-se que com o aumento da razão mássica de aditivo, as propriedades mecânicas do adesivo diminuíam de forma aproximadamente linear. As propriedades mecânicas verificadas encontram-se sumariadas na Tabela 18.

Com os ensaios de provetes TAST foi possível determinar o módulo de corte, a tensão de corte máxima ou tensão de rotura ao corte, bem como a deformação de corte máxima. Para o adesivo base, os valores obtidos para as propriedades mecânicas ao corte foram, respetivamente, $980,5 \pm 354,3$ MPa; $26,7 \pm 1,5$ MPa e $3,04 \pm 1,24\%$. Porém, à exceção da tensão de rotura ao corte, os restantes parâmetros não apresentaram fiabilidade devido ao alto valor de coeficiente de variação apresentado. Esta disparidade deve-se à dificuldade de medir a espessura de adesivo presente no provete TAST, induzindo num erro colossal nos cálculos que utilizam este dado. Esta dissemelhança provocou que não pudesse ser feita a relação entre E e G .

A tensão de rotura ensaiada foi, sensivelmente, 67% superior à indicada pelo fabricante (16 MPa). Crê-se que esta diferença esteja relacionada com o facto do valor

do fabricante ser estimado de forma empírica através de critérios de cedência, o que não é o mais adequado para adesivos estruturais endurecidos.

Neste ensaio a única conclusão retirada foi, à semelhança do ensaio *bulk*, a diminuição do valor da tensão de rotura com o aumento da razão mássica de aditivo no adesivo.

Para a análise de fratura em modo I, recorreu-se a ensaios DCB de forma a determinar G_{IC} através de métodos que requerem a medição do comprimento de fenda (CCM e CBT), bem como métodos baseados no comprimento de fenda equivalente (CBBM). A semelhança de valores obtidos nos diferentes métodos de redução indicou boa repetibilidade do ensaio, validando o método mais robusto (CBBM).

Os valores obtidos para G_{IC} , pelo método CBBM, foram $0,304 \pm 0,012$ N/mm (0%); $0,259 \pm 0,035$ N/mm (0,25%); $0,248 \pm 0,002$ N/mm (0,50%) e $0,207 \pm 0,003$ N/mm (1%).

Apurou-se que, tal como nos ensaios anteriores, o aumento da percentagem de pó de cortiça expandida faz com que a junta fique com menos resistência mecânica.

Relativamente à análise de fratura em modo II, realizaram-se ensaios ENF de forma a determinar o G_{IIC} através de métodos que requerem a medição do comprimento de fenda (CCM; DBT; CBT), bem como métodos baseados no comprimento de fenda equivalente (CBBM). Tal como no modo I, obteve-se boa repetibilidade dos ensaios, corroborando o método mais robusto que obteve valores de G_{IIC} de $0,731 \pm 0,128$ N/mm (0%), $1,040 \pm 0,120$ N/mm (0,25%), $0,962 \pm 0,034$ N/mm (0,50%) e $0,982 \pm 0,059$ N/mm (1%).

Concluiu-se que a adição do pó de cortiça expandida incrementa a resistência à propagação da fratura ao corte e depreende-se, pela análise, que o valor ótimo da proporção mássica na mistura estará entre 0% e os 0,30% de aditivo.

4.2 PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS

Concluída a realização da dissertação seria relevante desenvolver alguns trabalhos de modo a dar continuidade ao estudo desenvolvido. Assim, seria interessante desenvolver os seguintes trabalhos:

- Executar novos ensaios com razões mássicas de pó de cortiça expandida entre os 0% e os 0,30%;
- Determinar experimentalmente a massa volúmica do granulado de cortiça expandida para exprimir o seu conteúdo em fração volúmica;
- Execução de ensaios 4ENF e ELS para comparação com os valores de G_{IIC} obtidos no ensaio ENF;
- Ensaio TDCB para comparação de G_{IC} com os valores alcançados no ensaio DCB;

- Realizar ensaios com as mesmas razões mássicas mas com uma melhor definição da granulometria do aditivo;
- Estudo da influência da temperatura de cura no ensaio de caracterização das propriedades mecânicas e de fratura estimadas, para verificar se a introdução da cortiça se reflete no grau de cura.

BIBLIOGRAFIA E OUTRAS FONTES DE INFORMAÇÃO

5 BIBLIOGRAFIA

- [1] – Pizzi, A., Mittal, K. (2003). *Handbook of Adhesive Technology*. 2ª Edição, Taylor & Francis Inc.;
- [2] – Chaves, F. (2013). *Ligação Adesiva – Técnicas avançadas nos processos de ligação e consolidação – Workshop*. Ordem dos Engenheiros;
- [3] – Silva, L., Carbas, R., Marques, E. (2007). *Juntas Adesivas Estruturais*. 1ª Edição, Publindústria, Edições Técnicas. Porto, Portugal;
- [4] – Pinto, A. (2007). *Ligações adesivas entre materiais poliméricos com e sem alteração superficial dos substratos* (Tese de doutoramento). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [5] – Rispler, A., Tong, L., Steven, G., Wisnom, M. (2000). *Shape optimisation of adhesive fillets*. *International Journal of Adhesion and Adhesives*;
- [6] – Sítio da Internet:
[https://estudomec.info/files/PF PF2 adesivos 2013.pdf](https://estudomec.info/files/PF_PF2_adesivos_2013.pdf), visualizado a 17/12/2019;
- [7] – Sítio da Internet:
<https://www2.sorocaba.unesp.br/gpm/angulo%20cont%20energia%20superf.htm>, visualizado a 12/12/2019;
- [8] – Silva, L. (2017). *Problemas e Trabalhos Práticos de Juntas Adesivas Estruturais*. Publindústria. Portugal.
- [9] – Sítio da Internet:
<https://alunosonline.uol.com.br/quimica/tensao-superficial-agua.html>, visualizado a 09/01/2020.
- [10] – Deryaguin, B. (1955). *Research in Surface Forces*. New York: Consultants Bureau;
- [11] – Deryaguin, B., Krotova, N., Karashev, V., Kirillova, Y., Aleinikova, I. (1957). *Proceedings of the 2nd International Congress on Surface Activity-III*. Londres.
- [12] – Silva, P. (2014). SICA – Seminário de Juntas Adesivas;
- [13] – Ebnesajjad, S., Landrock, A. (2009). *Adhesives Technology Handbook*. 2ª Edição, William Andrew. Pensilvânia, Estados Unidos da América;
- [14] – Silva, L., Öchsner, A., Adams, R. (2011). *Handbook of Adhesion Technology*. 1ª Edição, Springer-Verlag Berlin Heidelberg;

- [15] – Petrie, E. (2000). *Handbook of Adhesives and Sealants*. 1ª Edição, McGraw-Hill. Nova Iorque, Estados Unidos da América;
- [16] – Vallée, T., Correia, J., Keller, T. (2006). *Probabilistic strength prediction for double lap joints composed of pultruded GFRP profiles–Part II: Strength prediction*. *Composites Science and Technology*;
- [17] – Gonçalves, J., Moura, M., Castro, P. (2002) *A three-dimensional finite element model for stress analysis of adhesive joints*. *International Journal of Adhesion and Adhesives*;
- [18] – Teixeira, L. (2000). Caracterização do comportamento mecânico de juntas de sobreposição simples coladas com adesivos estruturais (Tese de mestrado). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto Portugal;
- [19] – Monteiro, D. (1995). Análise do comportamento a fratura de juntas de aço efetuadas com adesivos estruturais (Tese de mestrado). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto Portugal;
- [20] – Sousa, C. (2016). Comparação de técnicas analíticas e numéricas para previsão de resistência de juntas adesivas de sobreposição simples (Tese de mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;
- [21] – Sítio da Internet:
<https://www.lord.com/latam/pt/adesivos/estruturais/melhores-praticas>, visualizado a 02/01/2020;
- [22] – LORD® *Structural Adhesives – Selector Guide*;
- [23] – Esteves, J. (1990). Estudo do comportamento de adesivos estruturais (Tese de mestrado). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [24] – Moura, M., Morais, A. e Magalhães, A. (2009). *Materiais Compósitos: Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico*. Publindústria.
- [25] – Sítio da Internet:
<https://lemelson.mit.edu/resources/harry-coover>, visualizado a 12/02/2020;
- [26] – Costa, C., Costa, A., Teixeira, M., Pereira, S., Mota, C. (2005) *Projecto PESc Nº4: Caracterização Mecânica de Adesivos Estruturais*, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [27] – Quini, J. (2011). *Adesivos estruturais uretânicos aplicados a combinações de compósitos, plásticos e metais* (Tese de doutoramento). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- [28] – Sítio da Internet:

<https://www.masterbond.com/techtips/what-epoxy-adhesive>, visualizado a 12/02/2020;

[29] – Sítio da Internet:

<https://www.instructables.com/id/DC-Through-Coil-Motor/>, visualizado a 13/02/2020;

[30] – Davim, J., Magalhães, A. (2010). Ensaaios Mecânicos e Tecnológicos. 3ª Edição, Publindústria;

[31] – Faneco, T. (2014). Caracterização das propriedades mecânicas de um adesivo estrutural de alta ductilidade (Tese de mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;

[32] – Slides da Disciplina – Processos de Ligação. Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;

[33] – Silva, L., Adams, R., Gibbs, M. (2003). *Manufacture of adhesive joints and bulk specimens with high-temperature adhesives. International Journal of Adhesion & Adhesives*;

[34] – Banea, M., Silva, L., Campilho, R. (2012). *Moulds design for adhesive bulk and joint specimens manufacturing. Vol.32*;

[35] – Silva, L., Dillard, D., Blackman, B., Adams, R. (2012). *Testing Adhesive Joints: Best Practices*. Wiley- VCH;

[36] – Pinto, S. (2013). Determinação das propriedades mecânicas à tração de adesivos estruturais frágeis e dúcteis (Tese de mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;

[37] – Slides da Disciplina – Ciência e Engenharia dos Materiais-Módulo IX. Escola Superior de Estudos Industriais e de Gestão, Porto, Portugal;

[38] – Sítio da Internet:

<https://www.epsilontech.com/products/axial-extensometers/>, visualizado a 16/02/2020.

[39] – Broughton, B., Gower, M. (2001). *Preparation and testing of adhesive joints: Measurement Good Practice*. National Physical Laboratory, Teddington U.K.;

[40] – Chiaverini, V. (1986) Tecnologia Mecânica: Estrutura e Propriedades das Ligas Metálicas Vol. I. McGraw-Hill;

[41] – Broughton, W., Mera, R.(2007). *Review of Durability Test Methods and Standards for Assessing Long Term Performance of Adhesive Joints*. National Physical Laboratory, U. K.;

- [42] – Monteiro, J. (2015). Caraterização das propriedades mecânicas e de fratura de um adesivo estrutural de alta ductilidade (Tese de mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;
- [43] – Yoshihara, H. (2007). *Simple estimation of critical stress intensity factors of wood by tests with double cantilever beam and three-point end-notched flexure*. Holzforschung;
- [44] – Bader, M., Hamerton, I., Hay, J., Kemp, M., Winchester, S. (2000). *Double cantilever beam testing of repaired carbon fibre composites. Composites Part A. Applied Science and Manufacturing*. Elsevier;
- [45] – Adams, D., Walrath, D. (1987). *Current status of the losipescu shear test method. Journal of composite materials*, vol. 21., American Society for Composites;
- [46] – Vaughn, L. (1998). *Measurement of basic mechanical properties of adhesives for design use* (Tese de doutoramento). University of Bristol;
- [47] – Azevedo, J. (2014). Determinação da tenacidade à fratura em corte (G_{IIC}) de adesivos estruturais pelo ensaio *End-Notched Flexure* (ENF) (Tese de Mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;
- [48] – Campilho, R. (2009) *Repair of Composite and Wood Structures* (Tese de Doutoramento). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [49] – Ferreira, L. (2017). Determinação dos fatores de intensidade de tensão K_I , K_{II} , K_{III} e K_{eq} induzidos em provetes CT fissurados e sujeitos a diversos valores de momento torsor (Tese de Mestrado). Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal;
- [50] – Sítio da Internet:
http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1316-48212014000300006,
visualizado a 23/02/2020;
- [51] – Chaves, F. (2013). *Fracture Mechanics Applied to the Design of Adhesively Bonded Joints* (Tese de doutoramento). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [52] – Ducept, F., Davies, P., Gamby, D. (2000). *Mixed mode failure criteria for a glass/epoxy composite and an adhesively bonded composite/composite joint*. International Journal of Adhesion and Adhesives;
- [53] – Constante, C. (2014). Utilização de métodos óticos de correlação de imagem para a determinação da tenacidade à fratura de adesivos estruturais (Tese de Mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;
- [54] – Campilho, R., Moura, D., Gonçalves, D., Silva, J., Banea, M., Silva, L. (2013). *Fracture toughness determination of adhesive and co-cured joints in natural fibre composites, Composites: Part B: Engineering*. Elsevier.

- [55] – Rice, J. (1968). *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks*. ASME;
- [56] – Stigh, U., Alfredsson, K., Anderson, T., Biel, A., Carlberger, T. e Salomonsson, K. (2010). *Some aspects of cohesive models and modelling with special application to strength of adhesive layers*. Springer;
- [57] – Dias, R. (2017). Estudo da propagação de fenda num componente ferroviário (Tese de mestrado). Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal;
- [58] – Ji, G., Ouyang, Z., Li, G., Ibekwe, S., Pang, S. (2010). *Effects of adhesive thickness on global and local mode-I interfacial fracture of bonded joints*. International Journal of Solids and Structures;
- [59] – Soares, A. (2015). Determinação da tenacidade à fratura de adesivos estruturais em modo misto pelo ensaio *Single-Leg Bending* (Tese de Mestrado). Instituto Superior de Engenharia do Porto, Porto, Portugal;
- [60] – Esteves, V. (2010). Determinação da Tenacidade de um Adesivo em Solicitações de Modo Misto (I+II) (Tese de mestrado). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal;
- [61] – Landrock, A. (1985). *Adhesives Technology Handbook*. Noyes Publications.
- [62] – Blackman, B., Brunner, A., Williams, J. (2006). *Mode II fracture testing of composites: a new look at an old problem*, *Engineering Fracture Mechanics*. Elsevier;
- [63] – Carlsson, L., Gillespie, J., Pipes, R. (1986). *On the Analysis and Design of the End Notched Flexure (ENF) Specimen for Mode II Testing*. *Journal of Composite Materials*.
- [64] – Campilho, R., Moura, M., Gonçalves, J. (2009). *Pure mode II fracture characterization of composite bonded joints*, *International Journal of Solids and Structures*. Elsevier;
- [65] – Moura, M., Campilho, R., Gonçalves, J. (2008). *Crack equivalent concept applied to the fracture characterization of bonded joints under pure mode I loading*. *Composites Science and Techonogy*. Elsevier;
- [66] – Zhu, Y., Liechti, K., Ravi-Chandar, K. (2009). *Direct extraction of rate-dependent traction-separation laws for polyurea/steel interfaces*. *International Journal of Solids and Structures*. Elsevier;
- [67] – Ji, G., Ouyang, Z., Li, G. (2011). *Effects of bondline thickness on Mode-II interfacial laws of bonded laminated composite plate*. *International Journal of Fracture*. Springer.
- [68] – Barbosa, A., Silva, L., Öchsner, J., Abenojard, J. (2013). Utilização de micro partículas de cortiça como material de reforço em adesivos estruturais frágeis, *Ciência & Tecnologia dos Materiais*. Science Direct;

- [69] – Mohanty A., Misra M., Hinrichsen G. (2000). *Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview*. Macromolecular – Materials and Engineering;
- [70] – Barbosa, A., Silva, L., Abenojar, J., Figueiredo, M., Öchsner, A. (2015). *Tensile Strength of a Brittle Epoxy Resin Reinforced with Micro Cork Particles: Effect of Size, Amount and Surface Treatment*.
- [71] – Barbosa, A., Silva, L., Öchsner, A. (2014). *Effect of the amount of cork particles on the strength and glass transition temperature of a structural adhesive*. Journal of Materials: Design and Applications;
- [72] – Araldite® - AV138 - Ficha Técnica;
- [73] – Sítio da Internet:
https://d26lpennugtm8s.cloudfront.net/stores/966/637/products/araldite_5047-fw1-fc93081004348b630915560355425795-320-0.png, visualizado a 13/05/2020;
- [74] - Sítio da Internet:
<https://www.amorim.com/a-cortica/o-que-e/>, visualizado a 29/08/2020;
- [75] – Gil, L. (2017). A cortiça como material de construção – Manual Técnico. APCOR;
- [76] – Sítio da Internet:
<https://www.treehugger.com/cork-perfect-green-building-material-4857204>, visualizado a 29/08/2020;
- [77] – NF T 76-142 Standard. (1988). *Méthode de préparation de plaques d'adhésifs structuraux pour la réalisation d'éprouvettes d'essai de caractérisation*. La Plaine Saint-Denis, France.
- [78] – Sítio da Internet:
https://oportunityleiloes.auctionserver.net/images/lot/1994/1994083_4.jpg, visualizado a 14/05/2020;
- [79] – Sítio da Internet:
[http://www.itech-trading.com/userfiles/AG-X\(5\).jpg](http://www.itech-trading.com/userfiles/AG-X(5).jpg), visualizado a 19/05/2020;
- [80] – Sítio da Internet:
https://assets.lyreco.com/is/image/lyrecows/2018-5667176?fmt=jpg&locale=PT_pt&wid=200&hei=200&qtl=70&resmode=sharp2&op_usm=1.75,0.3,2,0, visualizado a 21/06/2020.

ANEXOS

6.1 FICHA TÉCNICA ARALDITE® AV138

6 ANEXOS

6.1 FICHA TÉCNICA ARALDITE® AV138

Araldite® AV 138 Endurecedor HV 998

Adesivo epóxi bi-componente com altas resistências mecânicas sob ação de calor.

Principais propriedades

- Baixa emissão de gases e perda de voláteis
- Excelente resistência química
- Resistente a temperaturas de até 120°C
- Cura a baixas temperaturas acima de 5°C
- Pasta tixotrópica, ótimo preenchimento e baixo escoamento

Descrição

O Araldite AV 138 com o Endurecedor HV 998 é um sistema bi-componente que, quando combinados na proporção correta, apresenta-se como uma pasta que cura à temperatura ambiente proporcionando um resultado de material com alta rigidez e resistências mecânicas excelentes mesmo quando as uniões coladas com esse sistema forem submetidas a altas temperaturas de trabalho e em ambientes agressivos. A baixa emissão de gases torna esse sistema indicado para uso em aplicações em telecomunicações, eletrônica e aeroespacial.

Propriedades Típicas

Propriedade	AV 138	HV 998	Mistura
Cor (visual)	Bege	Cinza	Cinza
Densidade (g/cm ³)	1,7	1,7	1,7
Viscosidade a 25°C	Tixotrópica	Tixotrópica	Tixotrópica
Tempo de uso (100g/25°C)	-	-	35 minutos

Processamento

Pré-tratamento: A resistência e durabilidade de uma junta colada são dependentes do apropriado tratamento das superfícies a serem coladas. Como recomendação básica, as superfícies a serem coladas devem ser limpas com agentes desengraxantes tais como: acetona; tricloroetileno ou outro material semelhante oferecido no mercado para esse fim para remover todos os traços de óleo, graxa e sujeira. Álcool, gasolina ou diluidores/solventes para pintura nunca devem ser utilizados. As mais fortes e duráveis colagens são obtidas quando, após a limpeza, são usadas ações mecânicas de abrasão, jateamento ou lixamento ou uso de produtos apropriados para ataque químico. A ação mecânica de escarificação deve ser seguida de uma segunda operação de limpeza.

Proporção da mistura (peso ou volume): 100 Araldite AV138 para 40 Endurecedor HV998

Mistura: Pesar cada um deles de forma precisa ($\pm 5\%$) em recipientes limpos. Colocar a resina e o endurecedor juntos e mexer durante, no mínimo, 3 minutos, para que o resultado seja homogêneo. Não se esquecer de raspar as laterais, o fundo do recipiente e a própria espátula/pá misturadora várias vezes para assegurar a uniformidade da mistura.

Aplicação do adesivo: A mistura, de resina e endurecedor, é aplicada com espátula sobre as superfícies, pré tratadas, a serem unidas. Uma camada de 0,05 a 0,1mm proporcionará os melhores resultados de resistência ao cisalhamento trativo da união colada. As partes devem unidas com o adesivo, posicionadas e presas tão logo o adesivo tenha sido aplicado. Comprimir a área de contato vai assegurar melhores resultados de cura.

Processamento automático:

Algumas empresas especialistas desenvolveram equipamentos de dosagem, mistura e aplicação que possibilita o processamento de grandes volumes de adesivo. A Huntsman poderá indicar alguns fornecedores de equipamento de acordo com a necessidade do cliente.

Manutenção dos equipamentos e ferramentas:

Todas as ferramentas utilizadas devem ser limpas de resíduos de adesivo com água quente e sabão antes do material endurecer. A operação de remoção de resíduos curados é difícil e consome muita mão de obra e tempo.

Se forem utilizados solventes, tais como acetona, para limpeza, os operadores devem seguir as recomendações de precauções, usar EPI's e evitar qualquer contato com a pele ou olhos.

Propriedades Típicas do Produto Curado

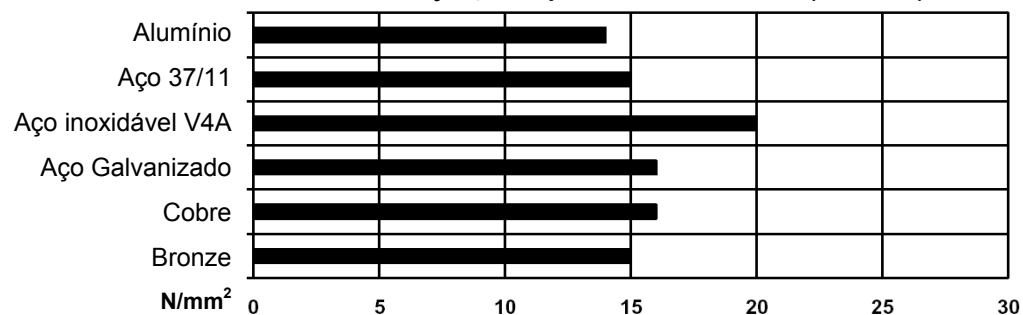
Propriedade	Método de Ensaio	Valores de Teste ⁽¹⁾
Peso específico a 23°C (g/cm³)	PM 49/70	1,7
Dureza, Shore D a 23°C	PM 119-0/82	84-86
Descascamento a 23°C (Roller peel) (kg/mm)	ISO 4578	1,8
Resistência à tração a 23°C (N/mm²)	DIN 53455	40-45
Módulo na tração a 23°C (N/mm²)	DIN 53455	4.700
Alongamento até ruptura, na tração a 23°C	DIN 53455	1,2%
Corrosão eletrolítica (testado 4 dias a 40°C com 92% um.rel. ar conforme DIN 50015)	DIN 53489	graduado AN1
Coeficiente de expansão térmica (18-93°C)	VSM 77110	67×10^{-6} mm/mm°C
Resistividade volumétrica a 22°C (a 50Hz)	VSDE 0303	1.8×10^{17} ohm cm
Resistência elétrica a 22°C (valor instantâneo)	VSM 7710	45.kV
Teste de fadiga em junções simples (90-130Hz)	DIN 532852	
25% do carregamento estático até a falha		$>10^7$ ciclos
30% do carregamento estático até a falha		10^5 - 10^6 ciclos

A não ser que outras condições sejam especificadas, os valores apresentados abaixo foram determinados por testes com amostras padrões com tiras de liga de alumínio de 170x25x1,5mm. A área de sobreposição/união foi de 12,5x25mm em cada caso.

Os valores apresentados foram determinados utilizando amostras de material de produção normal usando os métodos padronizados. Esses resultados são apresentados apenas como informação técnica de referência e não constitui uma especificação do produto.

Ciclos de cura x resistência ao cisalhamento trativo (RCT)

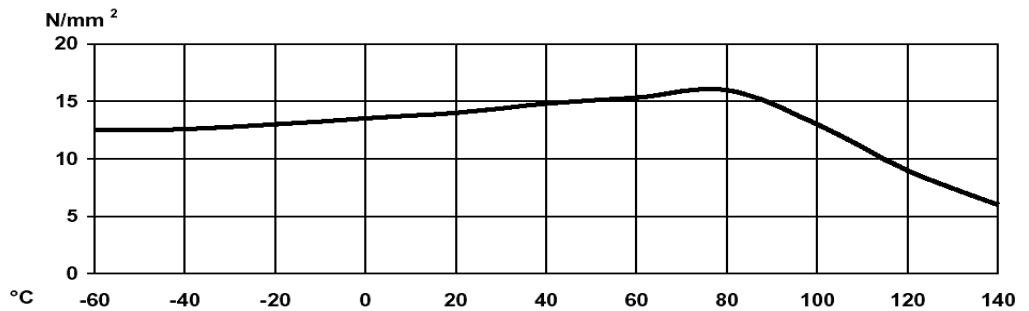
Temperatura	°C	10	15	23	40	60	80	100
Tempo de cura	Horas	48	36	24	16	1	-	-
	Minutos	-	-	-	-	-	15	10
RCT a 23°C	N/mm²	10	11	13	14	15	16	18

Resistências cisalhamento trativo de junções típicas de metal-metal⁽¹⁾ (ISO 4587)

Módulo de cisalhamento⁽¹⁾

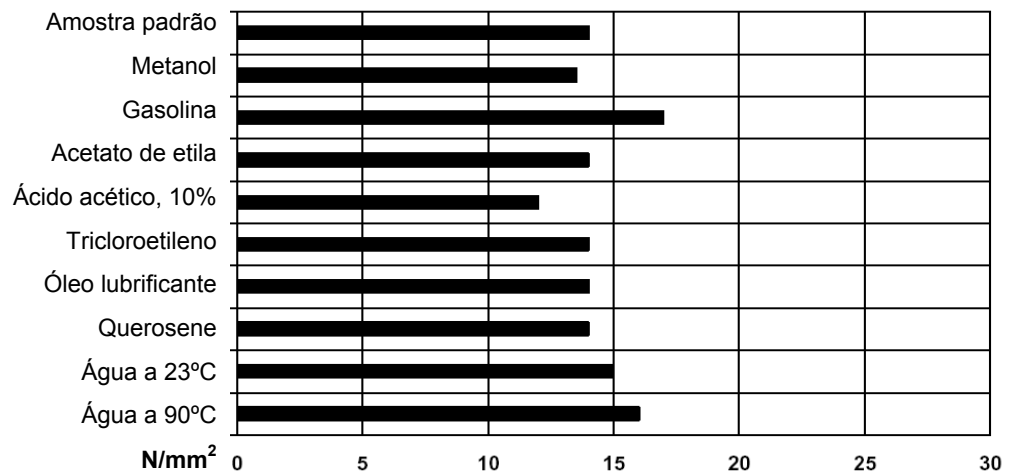
25°C -	3.000N/mm ²
50°C -	2.000N/mm ²
75°C -	400N/mm ²
100°C -	100N/mm ²
125°C -	3N/mm ²
150°C -	2N/mm ²

Resistência ao cisalhamento trativo⁽¹⁾ x temperatura (ISO 4587) (valores médios)

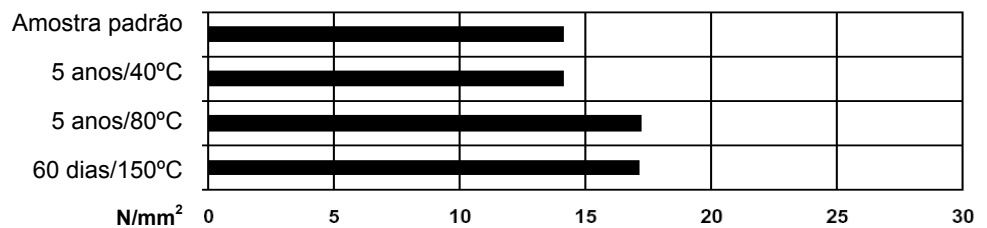


Resistência ao cisalhamento trativo⁽¹⁾ x imersão em líquidos (valores médios)

■ 90 dias

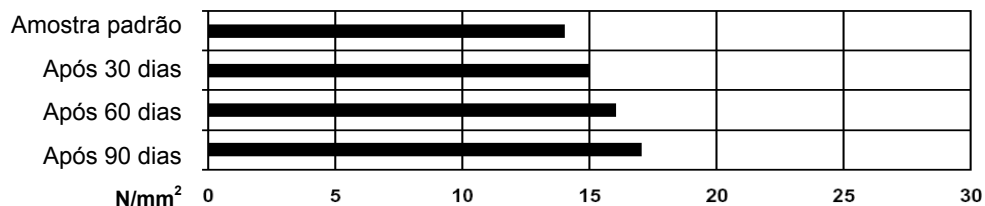


Resistência ao cisalhamento trativo⁽¹⁾ x envelhecimento sob calor



Resistência ao cisalhamento trativo⁽¹⁾ x clima tropical

(40/92, DIN 50015; valores médios) - Testes a 23°C



⁽¹⁾ Ciclo de Cura: 16 horas à 40°C (ou outro ciclo quando mencionado)

Nota:

Propriedades Típicas

As propriedades físicas apresentadas neste folheto correspondem aos valores de ensaio típicos obtidos por nossos laboratórios. Se for necessário auxílio para estabelecer as especificações do produto, favor consultar o nosso Departamento de Atendimento ao Cliente.

Armazenamento

Conforme orientações do folheto de segurança, estes materiais devem ser estocados em sua embalagem original sob temperaturas variando entre 18 e 25°C. Nessas condições o Araldite AV 138 e o Endurecedor HV 998 terão condições de uso de até 6 anos e 3 anos respectivamente. Verificar as datas de validade nos rótulos das embalagens dos produtos.

Precauções de Segurança

Não utilizar ou manipular o produto antes que o Folheto de Segurança (FISPQ) seja lido e compreendido. Usar EPI's recomendadas.

Não deixar atingir os olhos, a pele e as roupas. Evitar a inalação de vapor ou névoa. Manter o recipiente fechado. Utilizar o produto somente sob ventilação adequada e lavar as mãos com bastante água após o uso.

Pode ocorrer a formação de pó nas operações em que o material curado for lixado e ou serrado. Providenciar as EPI's necessárias.

Informações Gerais Sobre Higiene e Segurança no Trabalho

Os procedimentos de higiene industrial obrigatória e recomendada devem ser observados sempre que os nossos produtos forem manipulados e processados. Informações adicionais podem ser encontradas nos Folhetos de Dados de Segurança (FISPQ) correspondentes e no folheto "Precauções de Higiene Durante a Manipulação dos Produtos Plásticos da Huntsman" (publicação nº 24264).

Notas Adicionais de Precaução

Os sistemas termofixos geram calor durante a cura. A quantidade de calor e o tempo enquanto o calor é liberado varia significativamente entre os sistemas. Além disso, a temperatura do ambiente ou produto, a quantidade de material e a forma do recipiente de mistura, a espessura do adesivo aplicado e os materiais em contato também são fatores que influenciam o perfil da temperatura de um sistema de mistura.

Em alguns casos, a reação exotérmica pode ser vigorosa, gerando calor o suficiente para provocar a decomposição do sistema com subsequente liberação de grandes volumes de fumaça acre.

Uma boa regra geral é nunca misturar material além do que pode ser aplicado durante o tempo de uso ou o tempo de gel. Tomar cuidado ao utilizar materiais em outras aplicações além das mencionadas no folheto de dados do produto, como por exemplo, um sistema adesivo rápido utilizado para preenchimento de grandes volumes.

Por favor entre em contato com nosso Departamento de Atendimento ao Cliente ou ligue para o representante local da Huntsman Advanced Materials Química Brasil Ltda. solicitando todas as informações necessárias antes de iniciar seu trabalho.

Primeiros Socorros

A contaminação dos **olhos** por resina, endurecedor ou mistura deve ser imediatamente tratada através de lavagem com água corrente limpa durante 10 a 15 minutos. Consultar um médico.

O material derramado sobre a **pele** deve ser retirado e a área contaminada precisa ser lavada e tratada com um creme de limpeza/hidratante. Consultar um médico em caso de irritação severa ou queimaduras. A roupa contaminada deve ser imediatamente trocada.

Qualquer pessoa que se sintam mal após a **inalação** de vapores deve ser levada imediatamente ao ar livre.

Procurar assistência médica em todos os casos de dúvida.

Importante

Todas as informações deste documento são baseadas em resultados obtidos através de conhecimentos práticos e testes, sendo supostamente consideradas precisas, mas são fornecidas sem qualquer responsabilidade por perdas ou danos quando decorrentes de uso fora de nossos controles e especificações de uso.

Os usuários sempre devem realizar testes em quantidade suficiente para determinar a adequação de uso do produto às suas aplicações desejadas.

Nenhuma declaração deve ser incorporada em qualquer contrato, a não ser que esteja mútua e expressamente acordada por escrito, nem interpretada como recomendação ao uso de qualquer produto em conflito com qualquer patente.

HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS QUÍM. BR LTDA.
Brasil

ARALDITE®
Adesivos Estruturais

Av. Prof. Vicente Rao, 90
04706-900-São Paulo – SP
Atendimento ao Cliente 0800 170 850
Fax (11) 5543-6386
renshape_brasil@huntsman.com
www.huntsman.com

HUNTSMAN